

CENTRE NATIONAL D'ETUDES AGRONOMIQUES
DES REGIONS CHAUDES
ESAT-PREMIERE ANNEE
MONTPELLIER



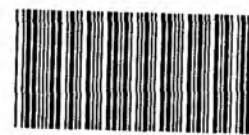
Mémoire présenté pour l'obtention du
Diplôme d'Agronomie Tropicale

AMELIORATION DU PRI
DU CAOUTCHOUC ISSU DE
PLANTATIONS VILLAGEOISES

Présenté par :
ERWIN GUNAWAN
1990

IRCA-BIMBRESSO
ABIDJAN-COTE D'IVOIRE
18 AVRIL-17 SEPTEMBRE 1990.

Maître de Stage :
Pascal STEINER
Correspondant
Scientifique :
Jean-Claude LAIGNEAU



TH01044

SOMMAIRE

| | Pages |
|---|-------|
| RESUME | 1 |
| I. INTRODUCTION | 3 |
| II. GENERALITES | 3 |
| II.1. Le Latex | 3 |
| II.2. Le Caoutchouc Cru | 8 |
| II.3. Les Fonds de Tasses | 9 |
| II.4. Le Caoutchouc Spécifié | 11 |
| II.5. Etude du PRI | 13 |
| II.6. Etude du pH | 15 |
| II.7. Résultats Acquis | 15 |
| III. PARTIE EXPERIMENTALE | 19 |
| III.1. Motivation | 19 |
| III.2. Objectif | 19 |
| III.3. Les Essais Réalisés | 20 |
| III.3.1. Compréhension du phénomène | 20 |
| III.3.1.1. Traitement 1 | 20 |
| III.3.1.2. Traitement 2 | 27 |
| III.3.1.3. Conclusion | 37 |
| III.3.2. Recherche de traitements pour éviter la chute du PRI au cours de la matu- ration | 38 |
| III.3.2.1. Traitement 3 | 38 |
| III.3.2.2. Traitement 4 | 43 |
| III.3.2.3. Traitement 5 | 47 |
| III.3.2.4. Traitement 6 | 54 |
| III.3.2.5. Traitement 7 | 61 |
| III.3.2.6. Conclusion | 75 |
| III.3.3. Recherche de traitements visant à re- monter les faibles PRI | 76 |
| III.3.3.1. Traitement 8 | 76 |
| III.3.3.2. Conclusion | 82 |
| IV. CONCLUSION GENERALE | 82 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES | 84 |

* * * * *

RESUME

Une caractéristique importante du caoutchouc spécifié est l'indice de retention de plasticité (PRI), exprimé par le rapport en pourcentage entre la plasticité (Pf) d'une éprouvette préparée suivant des conditions normalisées et vieillie artificiellement (30 minutes à 140°C en étuve ventilée) et la plasticité d'une éprouvette non vieillie (Po).

Cet indice renseigne sur la resistance du caoutchouc cru à la degradation par thermo-oxydation. Il est très variable et dépend de l'origine clonale du latex et de la méthode d'usinage. Une haute résistance à l'oxydation est considérée comme un indice de valeur élevée.

Une diminution du PRI plus ou moins prononcée est observée suivant l'origine clonale du caoutchouc, le temps de maturation du coagulum, la durée et le mode stockage, et le processus d'usinage. Les normes de spécifications techniques imposent un PRI minimum de 60 % pour les caoutchouc de meilleure qualité.

Dans ce mémoire nous présentons l'étude de l'influence des conditions de maturation du coagulum sur le PRI. Pour cela il nous faut d'abord comprendre le phénomène, puis chercher des solutions pour éviter la chute du PRI durant la maturation.

SUMMARY.

One of the characteristic of rubber specification is the Plasticity Retention Index (PRI), being expressed by this report in percentage between the plasticity of a sample (Pf) prepared according on the following normalized conditions and the artificially ageing one (30 minutes at 140°C in ventilated steamroom) with the plasticity of non ageing one (Po).

This index shows the resistance of the degraded raw rubber by thermo-oxydation. It is very variable and depends on the origin clonal of the latex and on the method of fabrication. The high resistance agains of oxydation is shown through the high index of PRI.

The more or less pronounced decreasing of PRI is observed according to the clonal origin of rubber, the maturity time of the coagulum, the duration and the mode of storage, and the fabrication process. The standard of the technical spesifications imposes a PRI minimum of 60 % for the top quality rubber.

This paper presents the influence of maturity conditions of coagulum on PRI. To reach this objective, the phenomenon have to be understood first then we propose some solution in order to avoid the decrease of PRI during the maturity.

1. INTRODUCTION.

La consommation de caoutchouc naturel (CN) dans le monde représente un tiers de la consommation totale de caoutchouc (synthétique + naturel). Pour des considérations économiques et techniques, le CN maintient sa position sur la marché.

L'Indonésie est le second pays producteur de CN avec une superficie de plantations d'hevéas d'environ 3 millions d'hectares qui produisent annuellement 1,2 millions de tonnes de caoutchouc.(1).

Les plantations villageoises représentent 83 % de la surface plantée (2,5 millions d'hectares) et fournissent 67 % (800 milles tonnes) de la production Indonésienne de caoutchouc. La contribution des plantations villageoises est donc très importante mais malheureusement, leur produit est de qualité médiocre et variable. En effet, les plantations villageoises fournissent leur caoutchouc sous forme de coagulum (slab et lump) qui subit des dégradations lors de son stockage avant usinage (2).

En 1985, l'Indonésie a exporté environ 1 million de tonnes de caoutchouc naturel sous différentes formes (3) :

| | |
|-------------------|----------|
| - SIR | : 79,3 % |
| - RSS | : 16,6 % |
| - Crêpe | : 1,4 % |
| - Latex concentré | : 3,6 % |
| - Autres | : 0,1 % |

Le caoutchouc spécifié techniquement (SIR) présente différentes qualités : SIR 5, SIR 10, SIR 20 (81 %) et SIR 50 (12 %) produits principalement par les plantations villageoises. Une grande partie du SIR 50 n'est pas classée dans la catégorie supérieure uniquement à cause de son PRI trop faible.(4).

II. GENERALITES.

II.1. Le Latex.

Le latex est une dispersion colloïdale de globules de caoutchouc dans un milieu aqueux, appelé communément sérum.(5). La composition du latex est complexe; en plus de l'eau et de l'hydrocarbure caoutchouc, il contient de petites quantités d'autres substances que l'on a coutume de désigner globalement comme "constituants non caoutchouc" (Schéma 1). Elles se trouvent soit en dispersion ou en solution dans le sérum, soit associées aux globules de caoutchouc. L'ultra-centrifugation du latex fraîchement récolté, permet de séparer quatre fractions :

- Une fraction légère, constituée essentiellement de caoutchouc.
- Une fraction des particules de Frey-Wyssling, contenant des globules composés de lipides et de caroténoides responsables de la coloration jaune-orangée du caoutchouc naturel.
- Une fraction aqueuse et limpide, appelée sérum cytoplasmique ou sérum C.

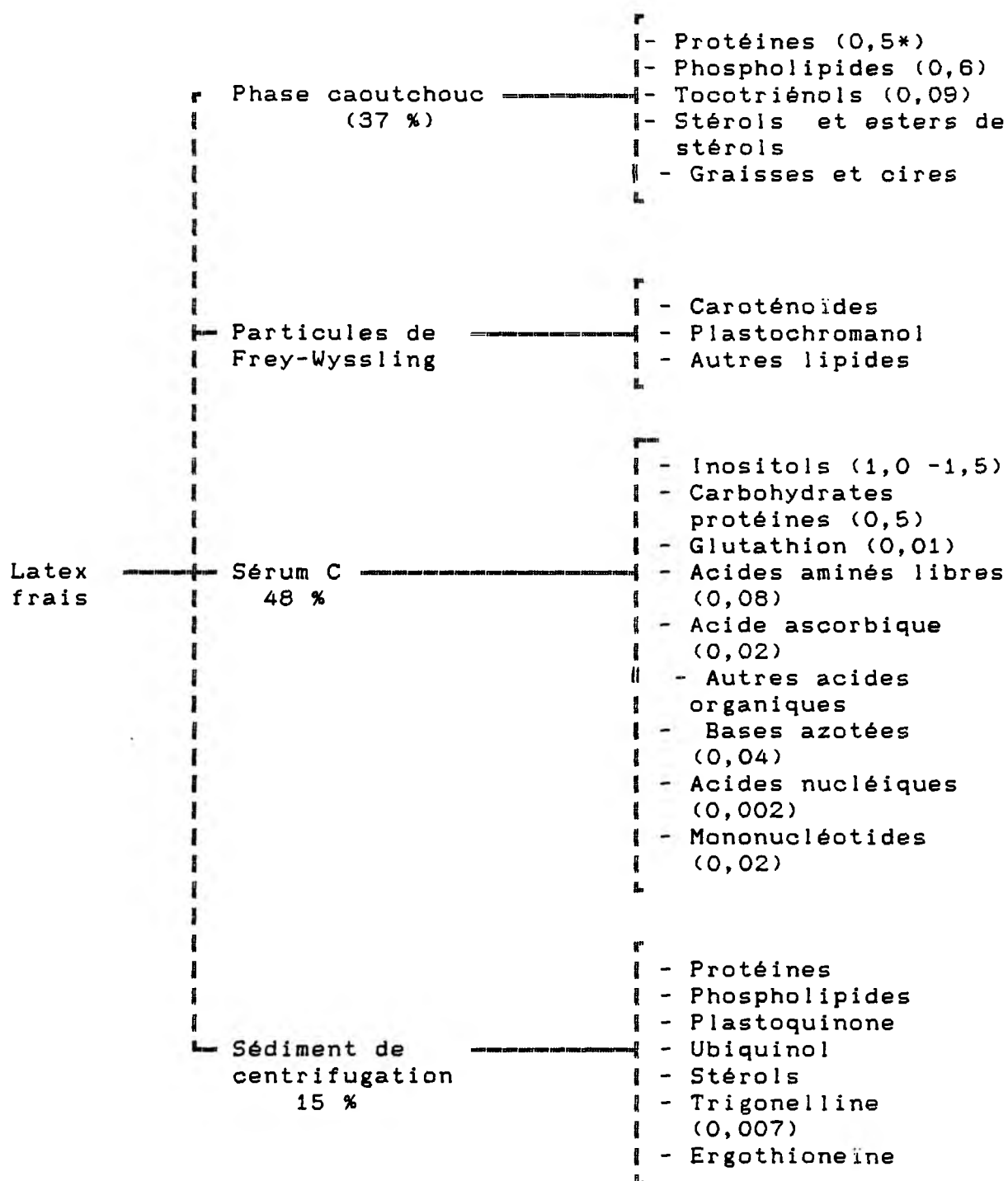


Schéma 1 : Les constituants non caoutchouc du latex de Hevea brasiliensis (COMPAGNON, 1986).

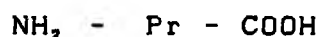
* Les chiffres figurant aux cotés des constituants indiquent leur concentration approximative en g pour 100 g de latex.

- Une fraction lourde, contenant divers organites dont les lutoïdes représentent la plus grande partie.

Commercialement, la teneur en caoutchouc sec désignée par la << Dry Rubber Content >> (DRC) est une caractéristique importante du latex.

La teneur en caoutchouc sec ou DRC du latex, varie dans d'assez larges limites suivant l'origine clonale, l'âge des cultures, les conditions climatiques, le cycle végétatif, les modalités de la saignée (intensité de saignée et de stimulation) et la maladie de l'encoche. Habituellement la teneur en caoutchouc dans un latex varie entre 25 et 45 % du volume total.

La phase dispersée dans le sérum est constituée de particules de caoutchouc. Elles sont entourées d'une couche périphérique phospholipoprotéique adsorbée à l'interface caoutchouc-eau. La couche protidique entourant chaque globule de caoutchouc assure la stabilité et le comportement colloïdal du latex. La molécule de protéine peut être schématisée par la formule générale suivante (6) :

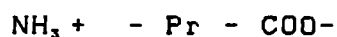


NH_2 = radical amine

COOH = radical acide

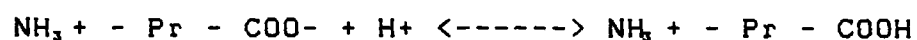
Pr = chaîne protidique.

Une telle molécule se caractérise, entre autres, par son point isoélectrique (pHi moyen de 4,7 dans le cas des protéines du latex). Elle se comporte, en solution aqueuse, comme un ion mixte chargé à la fois négativement et positivement.

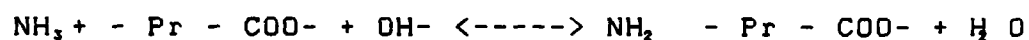


Il existe un équilibre entre les deux états.

En milieu acide, elle est chargée positivement.



Mais en milieu alcalin, elle est chargée négativement.



Au moment de la saignée, le pH du latex est proche de 7. Les globules de caoutchouc, chargés négativement, se repoussent et cette émulsion naturelle est alors stable.

Toute action tendant soit à modifier la charge en la neutralisant, soit à détruire l'enveloppe protidique de chaque particule provoquera la coagulation.

Il existe deux sortes de coagulation :

- la coagulation délibérée, en présence d'acide, par abaissement de la charge négative ou abaissement du pH jusqu'à s'approcher du point isoélectrique,

- la coagulation spontanée, due à l'activité biochimique qui se développe au cours de la maturation du latex abandonné à lui-même. Cette activité se traduit par la destruction de la couche protidique solvatée et l'acidification du milieu sous l'action d'enzymes protéolytiques et de bactéries.

Pour obtenir le latex sous sa forme liquide, c'est-à-dire assez fluide, stable, homogène et exempt de précoagulats, il faut le préserver :

- soit en augmentant le pH de la dispersion colloïdale par addition d'une base susceptible d'accroître la repulsion mutuelle des globules de caoutchouc par accroissement de leur charge négative,

- soit en neutralisant l'activité biochimique par action bactéricide ou antiseptique.

Un certain nombre d'agents de préservation sont employés actuellement :

- l'ammoniaque qui agit comme antiseptique, augmente le pH et précipite certains éléments minéraux, comme les ions Mg^{+2} .

- le sulfite de soude qui agit à la fois comme antiseptique léger et comme antioxydant, évite le noircissement du caoutchouc.

- le formaldéhyde ou formol lui aussi agit comme antiseptique. Le formol présente l'inconvénient d'entraîner un noircissement du caoutchouc.

- le sulfate d'hydroxylamine complété par de l'ammoniaque a des propriétés antiseptiques et bactéricides. Il permet aussi de stabiliser la viscosité du caoutchouc sec (CV).

- la solution ammoniacale d'acide borique pour obtenir un caoutchouc clair.

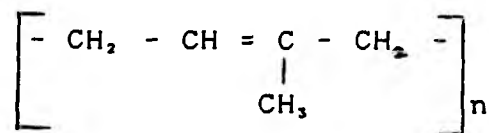
11.2. Le Caoutchouc Cru.

Le caoutchouc cru est issu du latex coagulé. La composition du caoutchouc cru est relativement variable en fonction de l'origine clonale, du mode de coagulation, délibérée à l'acide ou spontanée, et des conditions d'usinage. Les valeurs dans le tableau 1 ci-dessous donnent une idée approximative de la composition du caoutchouc cru.

Tableau 1 : La composition du caoutchouc cru
(* GENIN et MORISSON, 1958; COMPAGNON, 1986).

| Constituants | Composition moyenne | Valeurs extrêmes |
|-------------------------|---------------------|------------------|
| Hydrocarbure caoutchouc | 94 % | 92 à 95 % (*) |
| Extrait acétonique | 2,5 % | 1,5 à 5 % |
| Protéines | 2,5 % | 1,6 à 3 % |
| Cendres | 0,3 % | 0,2 à 0,5 % |
| Matières Volatiles | 0,5 % | 0,3 à 1,0 % |

Le constituant principal du caoutchouc naturel est le cis 1-4 polyisoprène de formule :



Son pourcentage est très élevé. La configuration cis et la stréréorégularité de la macromolécule conduisent aux remarquables propriétés physiques du caoutchouc naturel.

11.3. Les Fonds de Tasses.

Les fonds de tasses sont les coagulums qui résultent du prolongement de l'écoulement du latex après son ramassage. Ils sont collectés par le saigneur lors de la saignée suivante. La teneur en eau des fonds de tasses est liée à la DRC du latex. Elle peut varier de 20 à 50 % au moment de la récolte.

Les qualités technologiques des fonds de tasses se trouvent homogénéisées par les systèmes d'usinage auxquels ils sont soumis pour être transformés en produits commerciaux. Mais ces qualités, dans les produits transformés, dépendent dans une très large mesure des conditions de collecte et de stockage du produit brut, notamment :

- des délais de mise en oeuvre; les séjours au champ et sur le carreau des usines, s'ils se prolongent, entraînent une maturation et une dégradation des constituants non caoutchouc utiles et éventuellement du caoutchouc lui-même.

- des conditions de stockage après réception; celui-ci doit se faire à l'abri du soleil et des intempéries dans des bacs de réception bétonnés et propres.

- du prélèvement avant usinage ; les fonds de tasses sont immergés afin de ramollir le caoutchouc et de décoller les impuretés grossières. Cette immersion ne doit pas dépasser 2 à 3 jours pour éviter l'intensification de l'hydrolyse des éléments non caoutchouc.

En champs, les fonds de tasses doivent être collectés et conservés (quand on ne peut l'éviter) de manière à éviter toute souillure du caoutchouc. Un moyen simple consiste à les rassembler sous abri, sur des claies de bambou aménagées aux points de ramassage. Au mieux, le séjour en champs ne doit pas dépasser 24 heures.

Sachant que la maturation se poursuit dans le coagulum au détriment de la qualité (couleur, Po, PRI) du caoutchouc, l'usinage doit intervenir le plus rapidement possible; une semaine ou moins après le ramassage étant le délai idéal. Il faut en tout cas éviter de conserver les fonds de tasses au soleil, qui est une cause de dégradation rapide du caoutchouc.

Dans le cas des plantation villageoises, les fonds de tasses contiennent la totalité du latex écoulé. Leur maturation en champ peut durer jusqu'à 30 jours.

11.4. Le Caoutchouc Spécifié.

La transformation en caoutchouc sec des produits de la saignée par granulation et séchage rapide a débouché sur des productions entièrement spécifiées (Technically Specified Rubber ou TSR) présentées en balles compactes de 33,3 Kg.

Le système de classification appliqué en Malaisie depuis 1965 est maintenant généralisé et normalisé selon les critères indiqués par la norme ISO 2000-1978 (F).

Tableau 2 : Classification du caoutchouc spécifié (COMPAGNON, 1986).

| Caractéristiques | Limites pour classes du caoutchouc | | | | |
|--|------------------------------------|------|------|-----|-----|
| | 5 L | 5 | 10 | 20 | 50 |
| 1. Teneur en impuretés, % (m/m)max..... | 0,05 | 0,05 | 0,1 | 0,2 | 0,5 |
| 2. Plasticité initiale (Po), min | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 |
| 3. Indice de rétention de plasticité (PRI), %, min | 60 | 60 | 50 | 40 | 30 |
| 4. Teneur en azote, % (m/m), max | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,6 |
| 5. Teneur en matières volatiles % (m/m), max | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| 6. Taux de cendres, % (m/m), max | 0,6 | 0,6 | 0,75 | 1,0 | 1,5 |
| 7. Indice de couleur, max | 6 | - | - | - | - |

1. Teneur en impuretés.

C'est le poids des impuretés (pour 100 g de caoutchouc) retenues après dissolution dans le toluène et filtrées sur un tamis dont l'ouverture de mailles est de 44 microns.

La teneur en impuretés dépend de l'origine du caoutchouc et des soins dont il a fait l'objet au cours de sa préparation.

2. Plasticité initiale (Po).

Elle renseigne sur la consistance du caoutchouc et son aptitude à la mise en oeuvre, mais sert surtout de base à la mesure de l'indice de rétention de plasticité. La valeur minimale de Po de 30 correspond à une masse moléculaire de 250.000 et à un caoutchouc non dégradé.

3. Indice de rétention de plasticité (PRI).

C'est le rapport entre les plasticités Wallace mesurées après et avant un traitement thermique standard des éprouvettes pendant 30 minutes à 140 °C. Il s'exprime en pourcentage et traduit la résistance à la dégradation du caoutchouc brut lors de sa mise en oeuvre et au cours du vieillissement des vulcanisats. Dans les deux cas, on a affaire à un processus d'oxydation.

4. Taux de cendres.

Un taux de cendres élevé peut-être le signe d'une contamination minérale.

5. Taux d'azote.

Il rend compte des proportions de substances protidiques entraînées avec le caoutchouc et dépend des conditions d'usinage. Des valeurs supérieures à la limite admise par les spécifications peuvent être l'indication d'un caoutchouc préparé à partir de latex additionné de sérum de centrifugation non traité.

6. Taux de matières volatiles.

Il caractérise le degré de séchage et à ce sujet il faut faire deux remarques :

- la siccité du caoutchouc n'existe pas, on a, en réalité, un état d'équilibre hydrique qui dépend de sa composition et des conditions ambiantes.

- tout aussi importante est la répartition et la dispersion dans la masse de l'humidité, il doit y avoir absence de points visiblement humides ou virgins.

7. Couleur.

La couleur n'est spécifiée que pour le caoutchouc 5L qui ne doit pas dépasser 6 de l'échelle Lovibond .

II.5. Etude du PRI.

L'indice de rétention de plasticité (PRI) est l'évaluation la résistance à l'oxydation du caoutchouc naturel brut. Cela représente une amélioration sur les essais antérieurs, par le fait que l'on obtienne une évaluation quantitative, par opposition à une estimation visuelle, du comportement à l'oxydation. Une haute résistance à l'oxydation est considérée comme un indice de valeur élevée (8).

Le principe de mesure du PRI repose sur la détermination des indices rapides de plasticité d'éprouvettes en caoutchouc brut après et avant chauffage dans des conditions déterminées (30 minutes dans une étuve à 140 °C), en utilisant un plastimètre à plateaux parallèles.

L'indice de rétention de plasticité est le rapport en pourcentage des indices de plasticité après et avant chauffage. Les normes de spécification technique imposent un PRI minimum de 60 % pour les caoutchoucs de meilleure qualité. Une diminution du PRI plus ou moins prononcée est observée suivant l'origine clonale du caoutchouc, le temps de maturation, la durée et le mode de stockage, et le processus d'usinage.

Conséquence de la maturation prolongée du coagulum en tasse sur plantation, la sensibilité du caoutchouc à l'action de la chaleur et de l'oxygène peut être le résultat soit d'une action limitée aux composants du sérum de coagulation naturelle, soit d'une action sur les éléments complexes pro-oxygénés ou anti-oxygénés adsorbés sur la particule d'hydrocarbure caoutchouc, soit enfin d'une action directe sur la macromolécule avec création de sites sensibles à l'attaque de l'oxygène.

En tout état de cause, la flore bactérienne pourrait jouer un rôle au cours de la maturation. L'action des micro-organismes sur la molécule de caoutchouc est impliquée directement ou non dans le processus d'évolution du PRI en fonction de la durée de la maturation sur plantation.

11.6. Etude du pH. -

L'environnement influence les conditions de maturation, en particulier du pH du latex et du sérum de coagulation naturelle. Quel que soit le clone, à un pH acide correspond un caoutchouc à PRI élevé tandis qu'à un pH basique correspond un caoutchouc à faible PRI. Suivant l'origine clonale, les courbes $PRI = f(pH)$ sont différentes (9).

Généralement le pH du latex fraîchement récolté est proche de la neutralité et présente de très légères variations due au métabolisme de l'arbre. Il évolue rapidement après la saignée sous l'influence de micro-organisme et d'enzymes présents dans le produit, conduisant à une acidification progressive du milieu qui, à un certain niveau, entraîne sa coagulation.

11.7. Résultats Acquis.

Le PRI est habituellement présenté comme un critère d'appréciation de la résistance à la thermo-oxydation du caoutchouc naturel, mais cependant, il faut noter deux points importants (10) :

- le PRI est une mesure relative, dépendant directement de la plasticité initiale de l'échantillon (P_0).
- la plasticité Wallace après vieillissement (P_f) est une composante du PRI. Elle résulte de deux mécanismes compétitifs qui sont :

° la dégradation par oxydation du caoutchouc provoquant des scissions de chaîne et un abaissement de la plasticité,

° une légère réticulation ou greffage des chaînes de polyisoprène due en partie à des processus non oxydants, conduisant à une augmentation de la plasticité.

Plusieurs facteurs sont susceptibles d'influencer le PRI. Citons entre autres (11) :

- la durée de l'écoulement du latex et la quantité de caoutchouc produit,
- le pH de coagulation et l'usinage.
- le temps de stockage du caoutchouc sec,
- l'exposition prolongée au soleil du caoutchouc sec,
- certains sels de métaux de transition,
- divers composés organiques, pour la plupart aminés,
- la teneur en calcium du latex.

Les agents chimiques naturellement présents dans le latex et ayant une action sur le PRI peuvent faire l'objet d'importantes modifications pendant la maturation.

Pour améliorer la qualité du caoutchouc récolté au champ en fonds de tasses, il faut verser dans le latex des produits chimiques avant qu'il ne coagule, le jour de la saignée. Ce sont par exemple (12) :

- l'acide acétique à 5 %, à raison de 16 ml pour 100 ml de latex qui abaisse le pH du latex et provoque une coagulation rapide, pouvant ainsi :

- ° prévenir une oxydation avant coagulation,
- ° limiter le taux d'impuretés du caoutchouc et la dilution du latex par les eaux de pluie.

- le bisulfite de sodium à 0,1 g/ kg de caoutchouc sec. Son caractère anti-oxydant peut réduire la baisse du PRI du caoutchouc pendant sa période de maturation et permet d'obtenir un caoutchouc des fonds de tasses plus clair.

- le formol à raison de 1 g/ litre de latex et l'eau de javel à raison de 1 mg de Cl_2 /litre de latex pour bloquer la destruction des non caoutchoucs du latex et permettre d'obtenir un caoutchouc de fonds de tasses facilement vulcanisable et ayant un bon niveau de PRI.

- le sulfate d'hydroxylamine (SHA) à raison de 1 g/ kg caoutchouc sec conduit à un caoutchouc de fonds de tasses à viscosité stabilisée, ayant un bon niveau de PRI, même pour un temps de maturation de 30 jours.

Les espèces chimiques les plus intéressantes sont le formol et le SHA :

- le formol par son action bactéricide bloque les réactions responsables de la dégradation du PRI.

- le SHA stabilise la viscosité mooney du caoutchouc à des valeurs de l'ordre de 60 points.

L'amélioration du PRI peut-être envisagée de deux façons :

- au champ, par addition d'acide oxalique ou d'acide phosphorique dans les tasses avant coagulation; on obtient une remontée du PRI intéressante, mais restant assez limitée (10 à 15 points)(13).

- à l'usinage, par mélange de caoutchouc de divers clones, entre clone à haut PRI (PR 107) et clone à bas PRI (GT1). Le mélange est réalisé lors du crépage ou de la granulation. On peut également procéder au traitement chimique du caoutchouc avant séchage, l'imprégnation peut se faire soit par aspersion du crêpe, soit par trempage du crêpe ou des granulés.

Des solutions telles que l'acide oxalique, l'acide phosphorique ou l'EDTA (Ethylène Diamine Tétra Acétique) ont été testées à différentes concentrations. Il apparaît par exemple que le trempage du crêpe ou des granulés dans une solution d'acide oxalique à 10 % pendant 30 minutes remonte le PRI d'environ 20 points (14).

Ces essais ont montré qu'il était facile d'améliorer ainsi les PRI compris entre 60 et 70. Les PRI obtenus après trempage se situent alors entre 75 et 85 selon les produits et les concentrations. L'efficacité est par contre pratiquement nulle pour des PRI de départ de l'ordre de 75. Le plus simple pour améliorer le PRI du caoutchouc de fonds de tasses reste donc le mélange à l'usinage des coagulum issus de clones à haut et bas PRI ou le trempage des granulés dans les solutions appropriées avant séchage (15).

III. PARTIE EXPERIMENTALE.

III.1. Motivation.

L'indice de rétention de plasticité (PRI), se mesure sur le caoutchouc brut, en déterminant le rapport exprimé en pourcentage entre la plasticité d'une éprouvette préparée suivant des conditions normalisées et vieillie artificiellement (30 minutes à 140 °C en étuve ventilée) et la plasticité d'une éprouvette non vieillie.

Les plasticité se mesurent au moyen d'un plastomètre à plateaux parallèles. Cet indice renseigne sur la résistance du caoutchouc cru à la dégradation par thermo-oxydation. Les normes de spécifications technique imposent un PRI de 60 % pour les caoutchouc de la meilleure qualité.

Le PRI est très sensible aux condition de maturation du coagulum. Le caoutchouc issu de plantations villageoises peut ainsi presenter de faible valeurs de PRI et être donc déclassé.

III.2. Objectif.

L'objectif de l'expérience est l'amélioration du PRI du caoutchouc issu de fonds de tasses villageois. L'étude comprend trois étapes :

- compréhension du phénomène,
- recherche de traitements visant à éviter la chute du PRI

- recherche de traitements visant à remonter les faibles PRI.

L'étude est réalisée sur deux clones connus pour avoir un comportement du PRI différent vis-à-vis de la maturation :

- le PR 107 dont le PRI est insensible à la maturation
- le PB 217 qui présente une forte chute du PRI au cours de la maturation.

III.3. Les Essais Réalisés.

III.3.1. Compréhension du Phénomène.

Nous avons cherché dans un premier temps à relier le PRI du caoutchouc avec le pH du sérum de coagulation des fonds de tasses dont il résulte.

Dans un second essai, nous avons cherché à savoir si un mauvais PRI était imputable à une déficience en antioxygène ou à une abondance de prooxygène.

III.3.1.1. Traitement 1 : Influence du temps de maturation des fonds de tasses sur le pH du sérum et sur le PRI du caoutchouc résultant.

a. 10 litres de latex de PR 107 et PB 217 sont répartis dans 50 tasses à raison de 200 ml par tasses pour chaque clone.

b. Les tasses sont stockées sous toit pour maturation pendant 30 jours.

c. Tout les 3 jours, 5 fonds de tasses de chaque clone sont prélevés afin de mesurer le pH du sérum (le sérum est extrait par pressage des fonds de tasses) et le PRI du caoutchouc sec. L'usinage des fonds de tasses suit la procédure suivante:

- crêpage des fonds de tasses en 15 passes doubles,
- granulation sous eau au broyeur à marteaux,
- séchage pendant 3 heures à 105 °C.

Les mesures de pH sont réalisées à l'aide d'un pH-mètre et les mesures de PRI à l'aide d'un plastomètre Wallace suivant la méthode ISO 2000-1981 (F).

d. Les résultats obtenus permettent de tracer les courbes d'évolution du pH et du PRI en fonction du temps de maturation, voir tableaux 3, 3A et courbes 1 et 2.

Tableau 3 : Récapitulatif du protocole traitement 1.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Mat. (jours) | Clone | pH du sérum | Po | Pf | PRI |
|---------------|-----------------|--------|----------------|----|----|-----|
| U .0581 | 0* | PR 107 | - | 38 | 34 | 89 |
| .0582 | | PB 217 | - | 45 | 38 | 84 |
| .0583 | 3 | PR 107 | 5,66 | 50 | 42 | 84 |
| .0584 | | PB 217 | 5,75 | 50 | 39 | 78 |
| .0625 | 6 | PR 107 | 5,16 | 50 | 37 | 74 |
| .0626 | | PB 217 | 5,31 | 51 | 37 | 73 |
| .0627 | 10 | PR 107 | 5,32 | 50 | 38 | 76 |
| .0628 | | PB 217 | 5,66 | 40 | 18 | 45 |
| .0629 | 12 | PR 107 | 5,37 | 51 | 41 | 80 |
| .0630 | | PB 217 | 5,69 | 45 | 22 | 49 |
| .0657 | 15 | PR 107 | 5,45 | 51 | 38 | 75 |
| .0658 | | PB 217 | 5,85 | 38 | 13 | 34 |
| .0675 | 18 | PR 107 | 5,59 | 51 | 39 | 76 |
| .0676 | | PB 217 | 6,13 | 36 | 7 | 19 |
| .0681 | 21 | PR 107 | 5,58 | 55 | 40 | 73 |
| .0682 | | PB 217 | - | 42 | 10 | 24 |
| .0723 | 25 | PR 107 | 5,80 | 48 | 32 | 67 |
| .0724 | | PB 217 | - | 36 | 9 | 25 |
| .0751 | 28 | PR 107 | 6,24 | 52 | 38 | 73 |
| .0752 | | PB 217 | - | 41 | 10 | 24 |
| .0791 | 31 | PR 107 | 5,97 | 51 | 36 | 71 |
| .0792 | | PB 217 | - | 42 | 13 | 31 |

* Motif "off latex", coagulation à l'acide acétique 5 %, usinage classique.

* Note : pH du latex de PR 107 = 6,52.
pH du latex de PB 217 = 6,65.

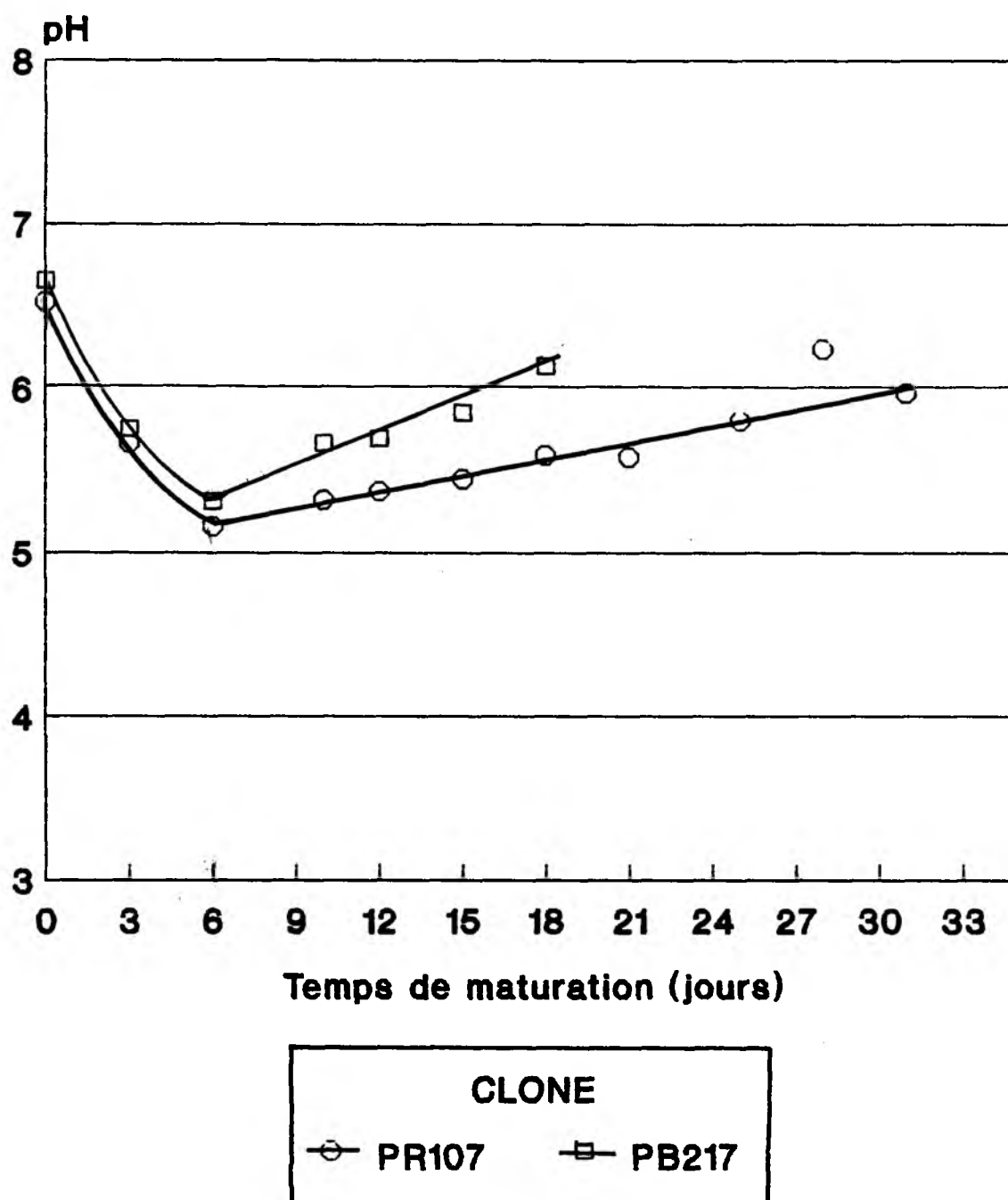
Tableau 3A. Les caractéristiques du caoutchouc sec
du Traitement 1.

| Les caractéristiques | norme ISO 2000 | Mat. 0* | | Mat. 3 | | Mat. 18 | | Mat. 31 | |
|--|----------------------|---------|-------|--------|-------|---------|-------|---------|-------|
| | | PR107 | PB217 | PR107 | PB217 | PR107 | PB217 | PR107 | PB217 |
| | | | | | | | | | |
| 1 Teneur en impu- retés % (m/m), max. | 0,05 | 0,010 | 0,013 | 0,018 | 0,018 | 0,011 | 0,012 | 0,010 | 0,011 |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 38 | 45 | 50 | 50 | 51 | 36 | 51 | 42 |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI) min. | 60 | 89 | 84 | 84 | 78 | 76 | 19 | 71 | 31 |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,385 | 0,410 | 0,315 | 0,350 | 0,260 | 0,260 | 0,220 | 0,210 |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,74 | 0,59 | 0,33 | 0,33 | 0,21 | 0,25 | 0,32 | 0,36 |
| 6 Taux de cendres, % (m/m) max. | 0,6 | 0,50 | 0,43 | 0,33 | 0,28 | 0,25 | 0,35 | 0,56 | 1,38 |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 5,5 | 5,5 | 6 | 4 | 6,5 | 9,5 | 9,5 | 11,0 |
| 8 Viscosité mooney : | | | | | | | | | |
| En mélange | | 44,5 | 48,0 | 47,5 | 48,5 | 49,0 | 43,0 | 51,5 | 49,0 |
| Cru (ML1+4; à 100°C) | | 71,0 | 87,0 | 95,0 | 95,0 | 95,0 | 88,0 | 90,0 | 75,0 |
| 9 Vitesse de vulcani- sation (min.-1) | | 14,60 | 12,82 | 17,54 | 14,93 | 16,81 | 16,81 | 17,86 | 14,81 |

* Motif "off latex" coagulation à l'acide acétique 5 %.

Courbe no. 1

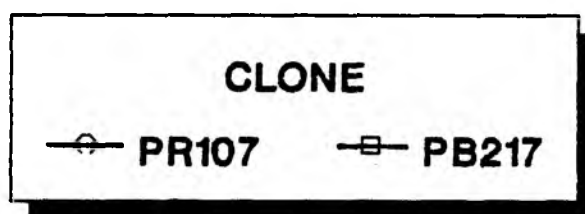
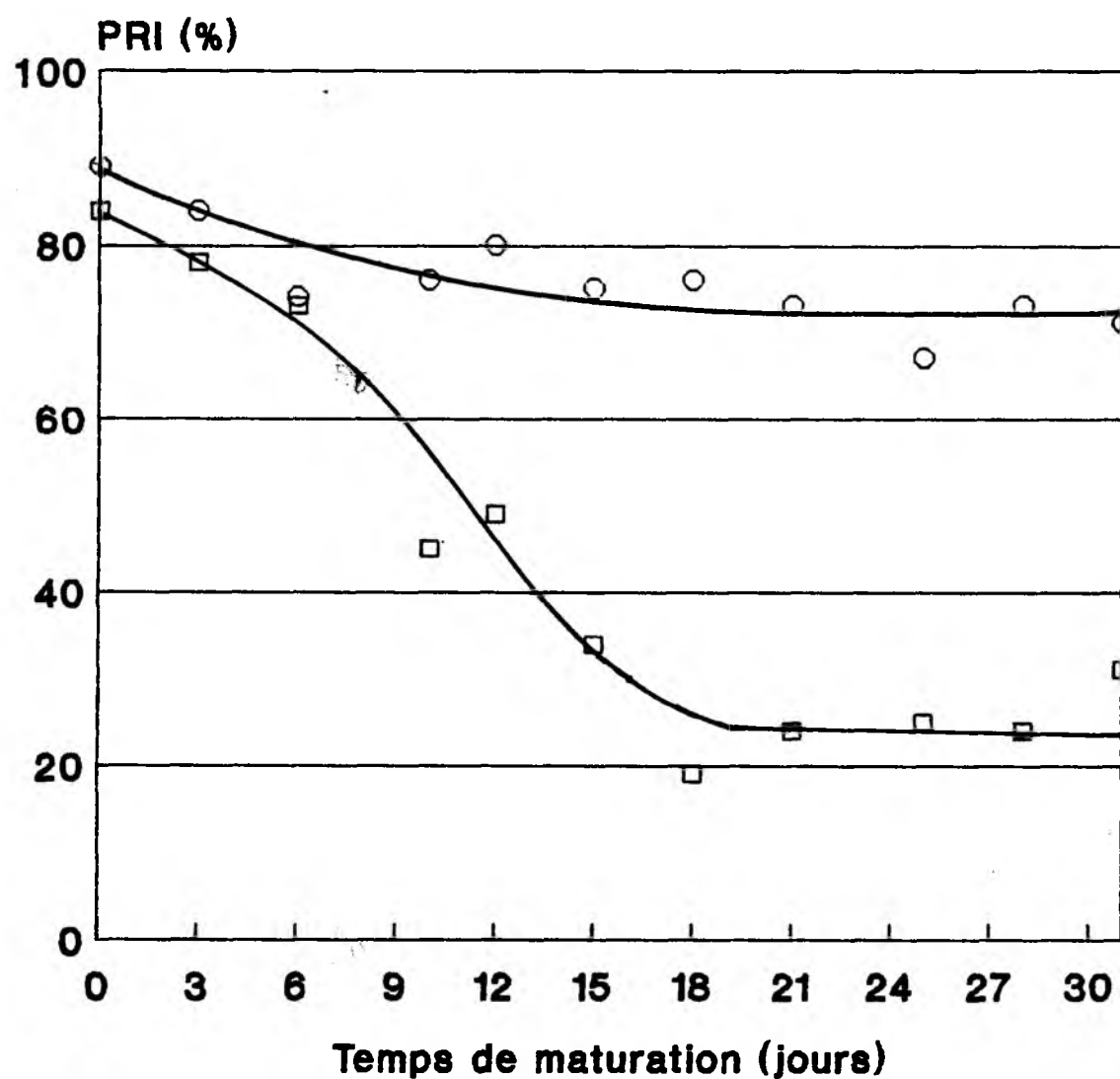
INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE pH DU SERUM DE COAGULATION



TRAITEMENT 1

Courbe no. 2

INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 1

Commentaires Traitement 1.

*** Evolution du pH du sérum.**

- Les deux clones ont un comportement similaire (courbes parallèles) (voir courbe no. 1).

- Dans les deux cas, nous observons une diminution rapide du pH durant les 6 premiers jours de maturation puis une légère augmentation jusqu'à 30 jours.

Remarque : Après 18 jours de maturation, le fonds de tasses de PB 217 ne contenaient plus de sérum.

*** Evolution du PRI.**

- Le PRI du PR 107 est relativement constant durant la maturation (supérieur à 60 % même après 30 jours de maturation) (voir courbe no. 2).

- Le PRI du PB 217 chute brusquement après 6 jours de maturation pour atteindre un niveau stabilisé aux environs de 20 % à partir de 18 jours de maturation.

*** Evolution des autres propriétés.**

La teneur en impuretés et le taux de cendres du caoutchouc sont des propriétés plutôt en relation avec les conditions de stockage qu'avec le temps de maturation des fonds de tasses.

Pour le PR 107, la plasticité (Po) et la viscosité mooney (VM) n'évoluent pas au cours de la maturation.

Par contre, la maturation du PB 217, entraîne une diminution non négligeable de Po et VM. Nous observons une nette diminution de la teneur en azote pendant la maturation et une augmentation de l'indice de couleur du caoutchouc. Quant aux teneurs en matières volatiles et vitesses de vulcanisation, elles n'évoluent pas de façon significative.

III.3.1.2. Traitement 2 : Amélioration du PRI des caoutchouc de fonds de tasses par mélange de caoutchouc haut et bas PRI.

I. Mélange, pour un clone donné (PB 217), entre caoutchouc sec à haut PRI (issu de fonds de tasses maturés 3 jours) et bas PRI (maturation 20 jours).

a. Préparer 2250 g de caoutchouc sec à haut PRI (PB 217, maturation 3 jours) et 2250 g à bas PRI (PB 217, maturation 20 jours).

b. Sur un mélangeur à cylindres, mélanger 400 g de caoutchouc haut PRI et bas PRI dans les proportions : 100/0, 90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 50/50, 40/60, 30/70, 20/80, 10/90, 0/100.

c. Le PRI est mesuré sur chaque mélange.

d. Les résultats obtenus permettent de tracer la courbe d'évolution du PRI en fonction de la composition du mélange, voir tableau 4 et courbe no. 3.

Tableau 4 : Mélange entre haut PRI (PB 217, maturation 3 jours) et bas PRI (PB 217, maturation 20 jours).
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Composition du mélange (haut/bas, %) | Po | Pf | PRI |
|---------------|---|----|----|-----|
| 1157 | 100/0 | 45 | 31 | 69 |
| 1158 | 90/10 | 45 | 30 | 67 |
| 1159 | 80/20 | 42 | 24 | 57 |
| 1160 | 70/30 | 41 | 21 | 51 |
| 1161 | 60/40 | 39 | 16 | 41 |
| 1162 | 50/50 | 38 | 13 | 34 |
| 1163 | 40/60 | 37 | 13 | 35 |
| 1164 | 30/70 | 36 | 12 | 33 |
| 1165 | 20/80 | 36 | 12 | 33 |
| 1166 | 10/90 | 36 | 10 | 28 |
| 1167 | 0/100 | 39 | 12 | 31 |

II. Mélange entre caoutchouc sec du clone PR 107 (haut PRI, maturation 3 jours) et du clone PB 217 (bas PRI, maturation 20 jours).

a. Prépare 2250 g de caoutchouc sec du clone PR 107 (haut PRI, maturation 3 jours) et 2250 g de PB 217 (bas PRI, maturation 20 jours).

b. Sur un mélangeur à cylindres, mélanger 400 g de caoutchouc haut PRI et bas PRI dans les proportions : 100/0, 90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 50/50, 40/60, 30/70, 20/80, 10/90, 0/100.

c. Le PRI est mesuré sur chaque mélange.

d. Les résultats obtenus permettent de tracer la courbe d'évolution du PRI en fonction de la composition, voir tableau 5 et courbe no. 4.

Tableau 5: Mélange entre haut PRI (PR 107, maturation 3 jours) et bas PRI (PB 217, maturation 20 jours). Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Composition du mélange (haut/bas, %) | Po | Pf | PRI |
|------------|--------------------------------------|----|----|-----|
| 1168 | 100/0 | 51 | 34 | 67 |
| 1169 | 90/10 | 46 | 29 | 63 |
| 1170 | 80/20 | 46 | 28 | 61 |
| 1171 | 70/30 | 45 | 25 | 56 |
| 1172 | 60/40 | 43 | 22 | 51 |
| 1173 | 50/50 | 43 | 20 | 46 |
| 1174 | 40/60 | 43 | 18 | 42 |
| 1175 | 30/70 | 40 | 16 | 40 |
| 1176 | 20/80 | 40 | 15 | 38 |
| 1177 | 10/90 | 39 | 13 | 33 |
| 1178 | 0/100 | 39 | 11 | 28 |

III. Mélange entre les fonds de tasses d'un clone a haut PRI (maturation 3 jours) et bas PRI (maturation 23 jours) durant l'opération de crépage.

a. Préparer 30 fonds de tasses de PB 217 maturés 3 jours (haut PRI) et 30 fonds de tasses maturés 23 jours (bas PRI).

b. Mélanger les fonds de tasses haut PRI (maturation 3 jours) et bas PRI (maturation 23 jours) au crépage dans les proportions : 100/0, 90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 50/50, 40/60, 30/70, 20/80, 10/90, 0/100.

c. Granulation sous eau au broyeur à marteaux (grille 1/2 pouce).

d. Séchage pendant 3 heures à 105 °C.

e. Le PRI est mesuré sur chaque mélange.

f. Les résultats obtenus permettent de tracer la courbe d'évolution du PRI en fonction de la composition du mélange, voir tableau 6 et courbe no. 5.

Tableau 6: Mélange entre les fonds de tasses d'un clone a haut PRI (maturation 3 jours) et bas PRI (maturations 23 jours) durant l'opération de crépage.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Composition du mélange (haut/bas,%) | Po | Pf | PRI |
|---------------|--|----|----|-----|
| 1179 | 100/0 | 55 | 40 | 73 |
| 1180 | 90/10 | 52 | 37 | 71 |
| 1181 | 80/20 | 52 | 37 | 71 |
| 1182 | 70/30 | 52 | 35 | 67 |
| 1183 | 60/40 | 51 | 30 | 59 |
| 1184 | 50/50 | 50 | 28 | 56 |
| 1185 | 40/60 | 48 | 26 | 54 |
| 1186 | 30/70 | 47 | 22 | 47 |
| 1187 | 20/80 | 45 | 20 | 44 |
| 1188 | 10/90 | 44 | 18 | 41 |
| 1189 | 0/100 | 44 | 16 | 36 |

IV. Mélange de fonds de tasses de PR 107 (haut PRI, maturations 3 jours) et de fonds de tasses de PB 217 (bas PRI, maturation 23 jours) lors du crépage.

a. Préparer 30 fonds de tasses de PR 107 maturés 3 jours (haut PRI) et 30 fonds de tasses de PB 217 maturés 23 jours (bas PRI).

b. Mélanger les fonds de tasses de PR 107 et de PB 217 au crépage dans les proportions 100/0, 90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 50/50, 40/60, 30/70, 20/80, 10/90, et 0/100.

c. Granulation sous eau au broyeur à marteaux (grille 1/2 pouce).

d. Séchage pendant 3 heures à 105 °C.

e. Le PRI est mesuré sur chaque mélange.

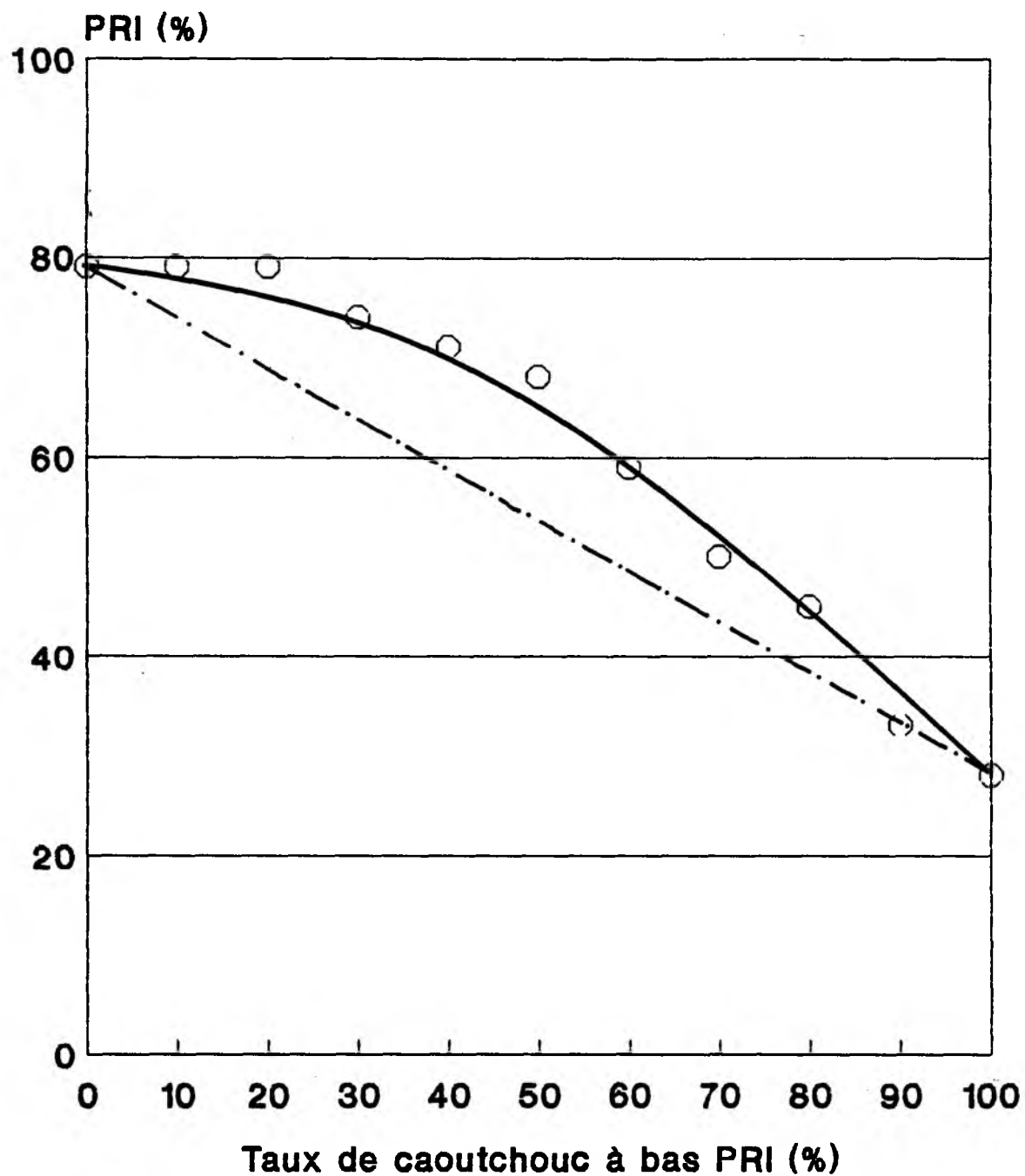
f. Les résultats obtenus permettent de tracer la courbe d'évolution du PRI en fonction de la composition du mélange, voir tableau 7 et courbe 6.

Tableau 7: Mélange entre les fonds de tasses de PR 107 (haut PRI, maturation 3 jours) et les fonds de tasses de PB 217 (bas PRI, maturation 23 jours) lors du crépage.

Résultats moyens sur 3 répétitions.

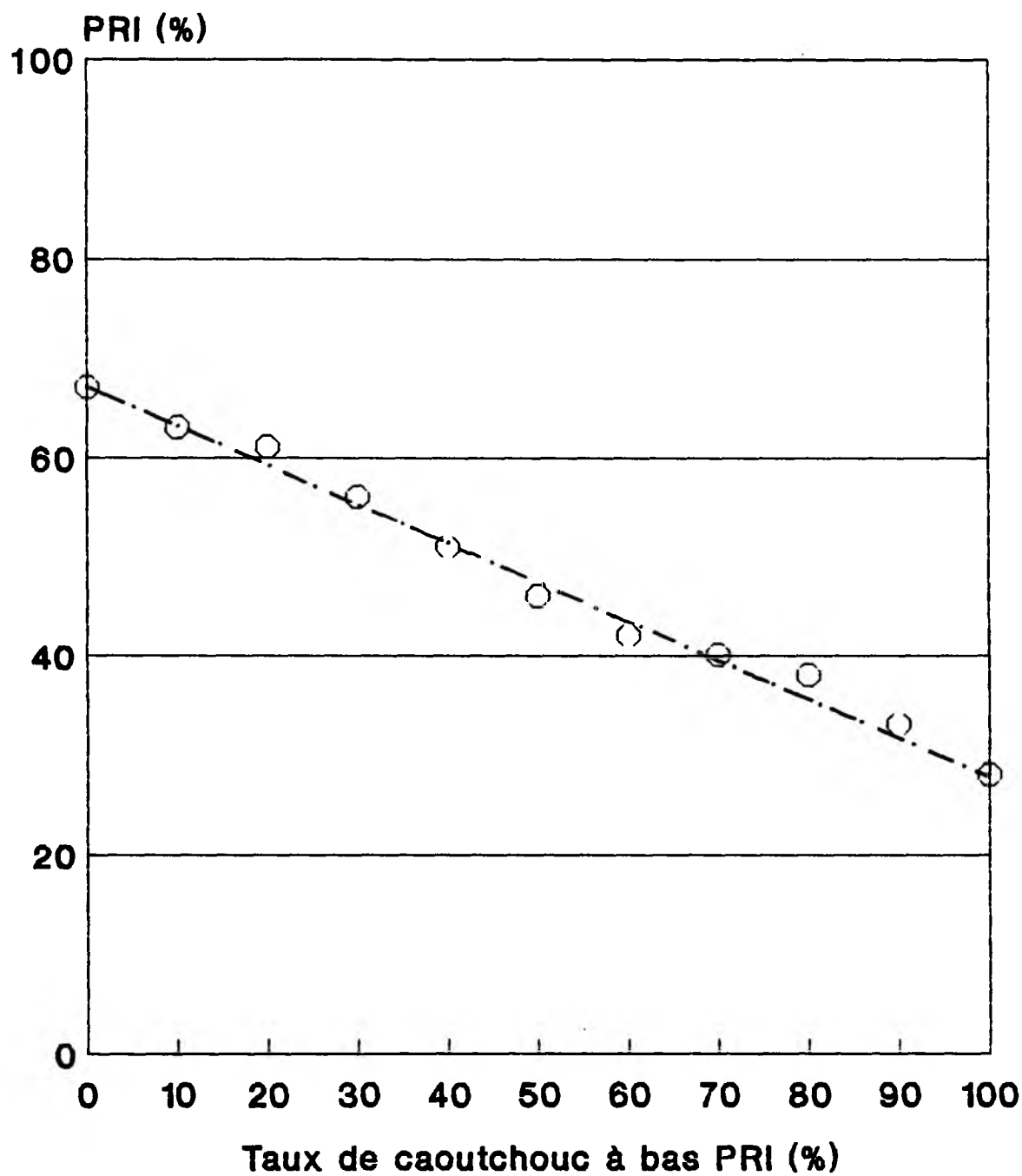
| No. Enreg. | Composition du mélange (haut/bas, %) | Po | Pf | PRI |
|---------------|---|----|----|-----|
| 1190 | 100/0 | 51 | 43 | 84 |
| 1191 | 90/10 | 51 | 41 | 80 |
| 1192 | 80/20 | 52 | 42 | 79 |
| 1193 | 70/30 | 49 | 34 | 69 |
| 1194 | 60/40 | 48 | 35 | 73 |
| 1195 | 50/50 | 48 | 27 | 56 |
| 1196 | 40/60 | 46 | 23 | 50 |
| 1197 | 30/70 | 45 | 23 | 51 |
| 1198 | 20/80 | 45 | 20 | 44 |
| 1199 | 10/90 | 46 | 18 | 39 |
| 1200 | 0/100 | 45 | 15 | 33 |

Courbe no. 3

**MELANGE CAOUTCHOUC D'UN CLONE PB 217
MAT.3 JOURS ET 20 JOURS****TRAITEMENT 2, I.**

Courbe no. 4

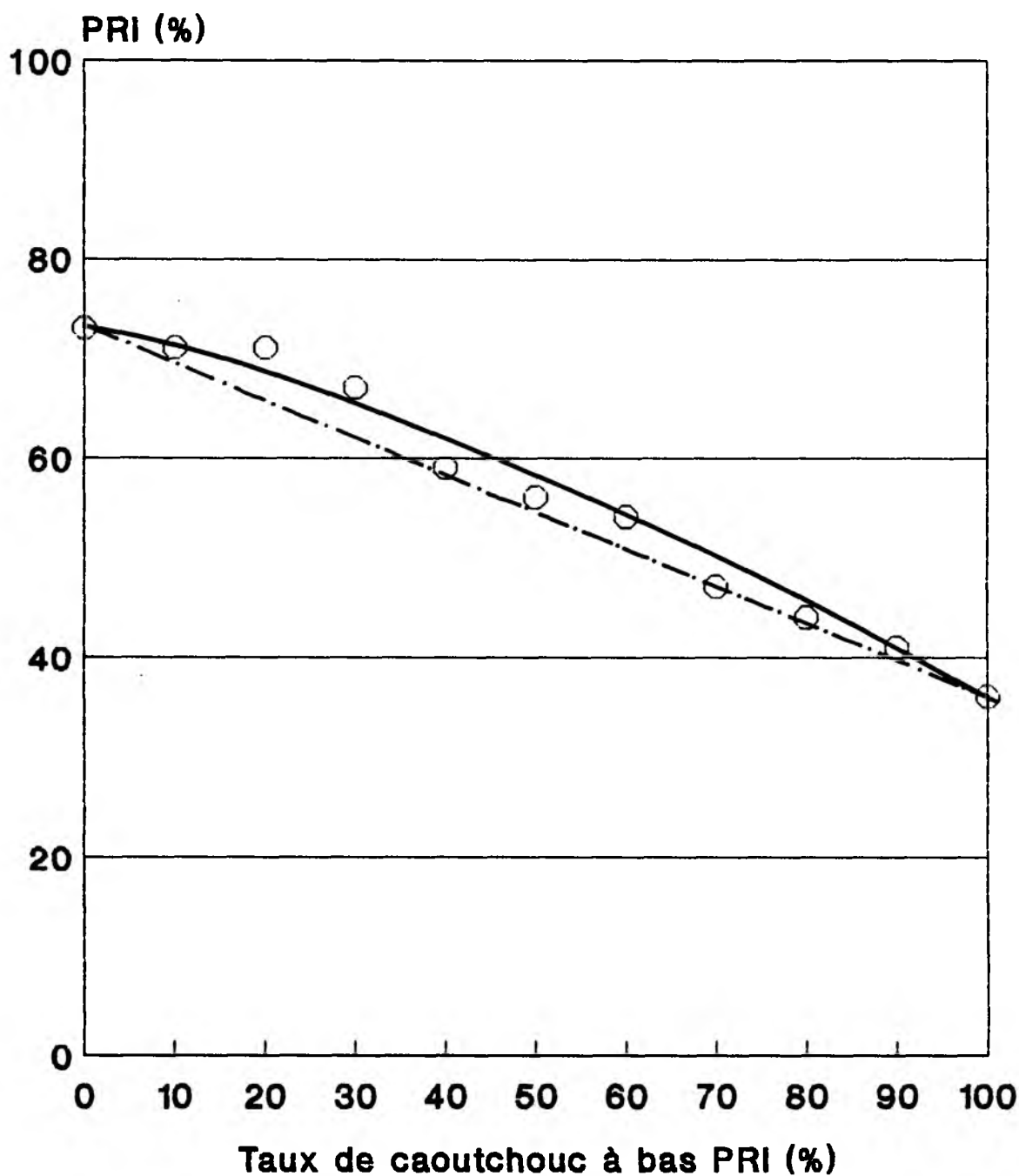
**MELANGE ENTRE HAUT PRI (PR 107, MAT.3 J)
ET BAS PRI (PB 217, MAT.20 J).**



Traitement 2,II

Courbe no. 5

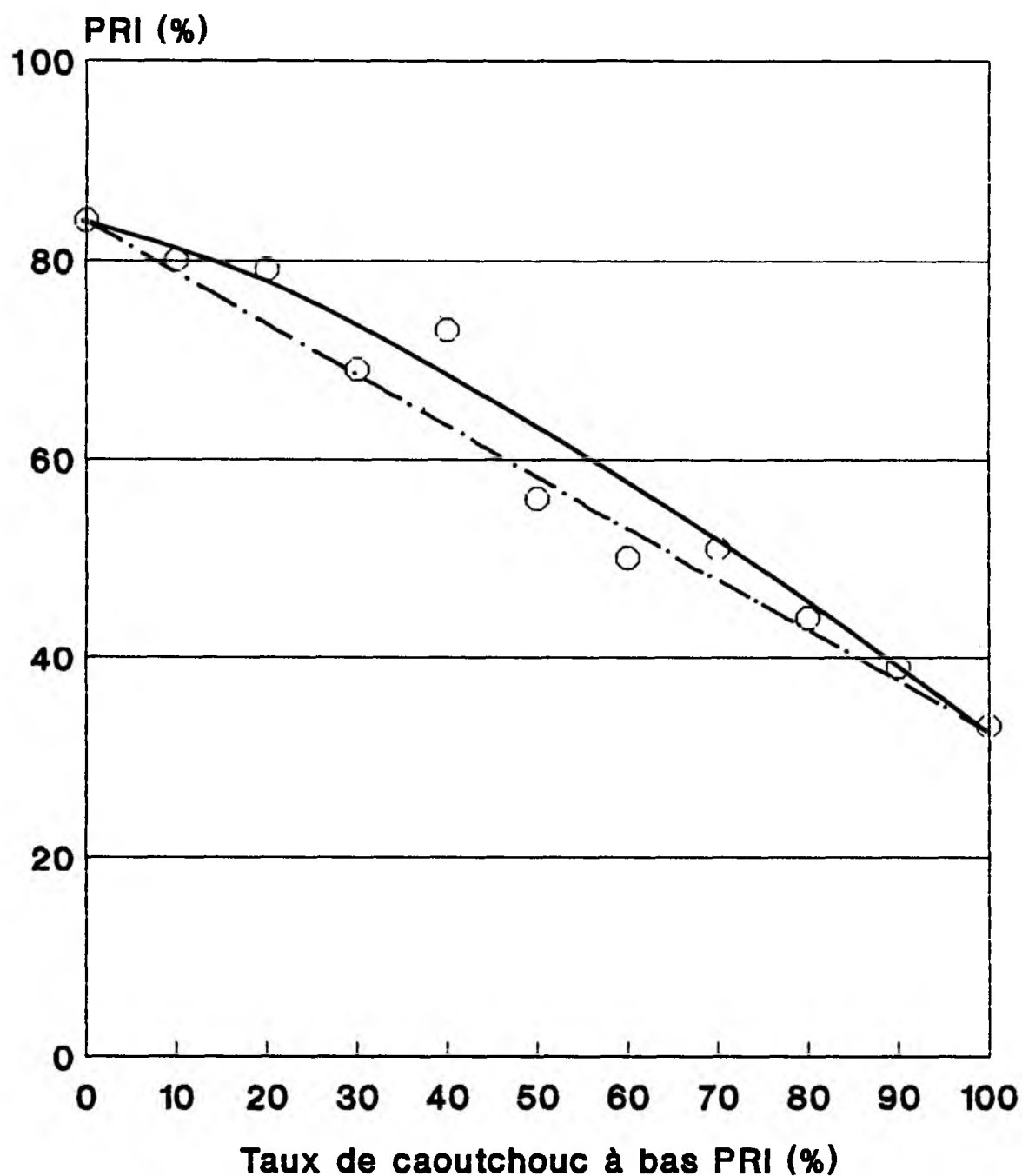
**MELANGE CAOUTCHOUC D'UN CLONE PB 217
MAT. 3 JOURS ET 23 JOURS AU CREPAGE**



TRAITEMENT 2, III.

Courbe no. 6

**MELANGE ENTRE HAUT PRI (PR 107, MAT. 3J)
ET BAS PRI (PB 217, MAT.23 J) AU CREPAGE**

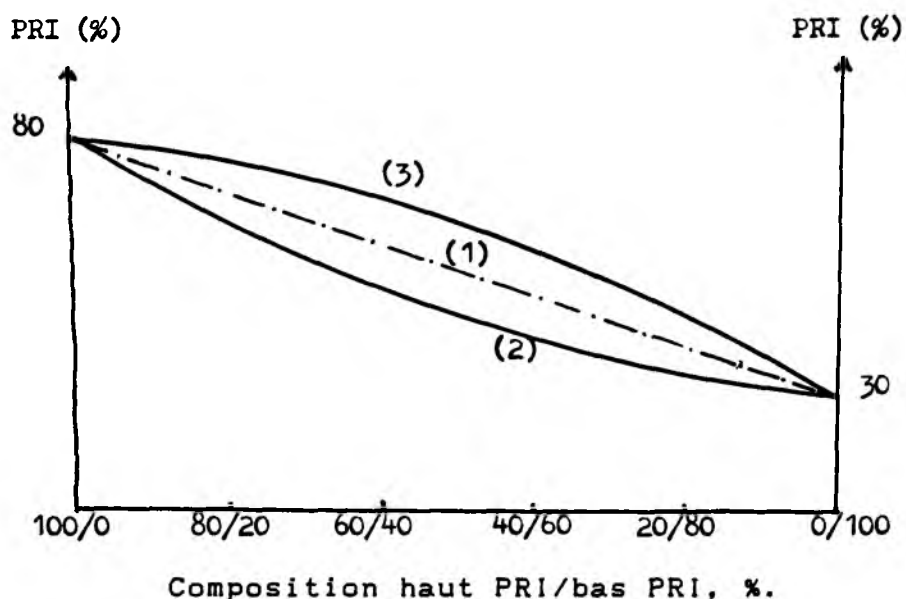


TRAITEMENT 2, IV.

Commentaires Traitement 2.

* Mélange de caoutchouc sec sur cylindre.

Lorsque l'on réalise des coupages de caoutchouc à haut et bas PRI, trois types de comportement peuvent être observés (16) :



- (1) : Simple effet de dilution sans effet catalytique.
- (2) : Une petite quantité de gomme à bas PRI suffit à faire baisser le PRI d'une gomme à haut PRI. On se trouve en présence d'un système à prépondérance prooxydant.
- (3) : Une petite quantité d'une gomme à haut PRI améliore le PRI d'une gomme à bas PRI, c'est un phénomène à prépondérance anti-oxygène.

En ce qui concerne nos résultats, les mélanges haut et bas PRI réalisés à partir d'un seul clone (PB 217) révèlent un système à prédominance anti-oxygène (voir courbe no. 3). Les mélanges obtenus à partir de deux clones différents (PR 107 et PB 217) ne présentent pas d'effet anti ou prooxygène mais simplement un effet de dilution (voir courbe no. 4).

*** Mélange de fonds de tasses au crêpage.**

Que les mélange soient réalisés à partir du PB 217 seul ou de deux clones différents, les PRI mesurés se situent toujours au dessus de la droite de dilution (voir courbe 5 et 6).

Ce phénomène, qui traduit un système à prédominance anti-oxygène, est cependant peu marqué.

III.3.1.3. Conclusion.

Le traitement 1 nous permet de dire que la chute du PRI observée pour le clone PB 217 ne peut pas être attribuée à une variation du pH du milieu. En effet, les courbes d'évolution du PRI en fonction du temps de maturation sont très différent pour les 2 clones étudiés alors que les courbes d'évolution du pH sont semblables.

Les mélange de caoutchouc haut et bas PRI révèlent un système à prédominance anti-oxygène. Un mauvais PRI serait donc dû à une déficience en produits anti- oxygène.

La maturation des fonds de tasses aurait pour conséquence la destruction des anti-oxygènes naturellement présent dans le latex.

Il faut noter que le mélange de caoutchouc d'un seul clone améliore plus le PRI que le mélange de clones différents.

III.3.2. Recherche de traitements pour éviter la chute du PRI au cours de la maturation.

Deux orientations ont été envisagées :

- Traitements agissant sur le pH du latex ou du sérum de coagulation.

- Traitements visant à conserver les antioxydants présents dans le coagulum durant toute la durée de la maturation.

III.3.2.1. Traitement 3 : Influence du temps de maturation des fonds de tasses sur le PRI, en milieu acide (dans un tampon pH = 4).

a. 10 litres de latex de PR 107 et PB 217 sont répartis dans 50 tasses à raison de 200 ml de latex par tasses pour chaque clone.

b. Les tasses sont stockées sous toit jusqu'à coagulation.

c. Après coagulation, les fonds de tasses ont été immergées dans une solution tampon à pH = 4 (acide acétique + acétate de sodium) (17).

d. Tous les 3 jours, 5 fonds de tasses sont usinés afin de mesurer le PRI du caoutchouc sec.

e. Les résultats obtenus après 30 jours permettent de tracer la courbe d'évolution du PRI en fonction du temps de maturation, voir tableaux 8, 8A et courbe no. 7.

Tableau 8 : Récapitulatif du protocole traitement 3.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Mat. (jours) | Clone | pH du sérum | Po | Pf | PRI |
|------------|--------------|--------|-------------|----|----|-----|
| U.0631 | 0* | PR 107 | 5,15 | 44 | 37 | 84 |
| .0632 | | PB 217 | 5,35 | 43 | 37 | 86 |
| .0659 | 3 | PR 107 | 4,87 | 48 | 39 | 81 |
| .0660 | | PB 217 | 5,19 | 44 | 32 | 73 |
| .0677 | 6 | PR 107 | 4,70 | 46 | 38 | 83 |
| .0678 | | PB 217 | 5,33 | 46 | 30 | 65 |
| .0683 | 9 | PR 107 | 4,74 | 47 | 37 | 79 |
| .0684 | | PB 217 | 5,15 | 49 | 32 | 65 |
| .0725 | 13 | PR 107 | 4,93 | 46 | 34 | 74 |
| .0726 | | PB 217 | 5,37 | 43 | 29 | 67 |
| .0753 | 16 | PR 107 | 4,84 | 46 | 37 | 80 |
| .0754 | | PB 217 | 6,32 | 43 | 30 | 70 |
| .0793 | 18 | PR 107 | 4,60 | 48 | 37 | 77 |
| .0794 | | PB 217 | 6,05 | 48 | 33 | 69 |
| .0797 | 21 | PR 107 | 5,01 | 49 | 38 | 78 |
| .0798 | | PB 217 | 5,87 | 49 | 32 | 65 |
| .0823 | 24 | PR 107 | 5,02 | 46 | 35 | 76 |
| .0824 | | PB 217 | 6,39 | 47 | 28 | 60 |
| .0827 | 27 | PR 107 | 5,89 | 47 | 35 | 74 |
| .0828 | | PB 217 | 6,93 | 46 | 28 | 61 |
| .0835 | 30 | PR 107 | 6,17 | 49 | 36 | 73 |
| .0836 | | PB 217 | 7,35 | 41 | 20 | 49 |

*) Motif "off latex" coagulation à l'acide acétique 5 %, usinage classique.

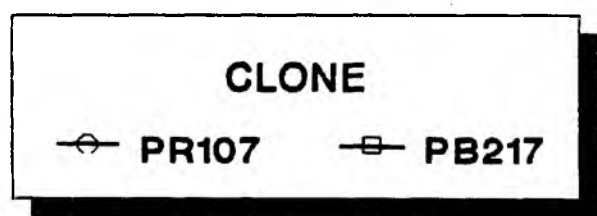
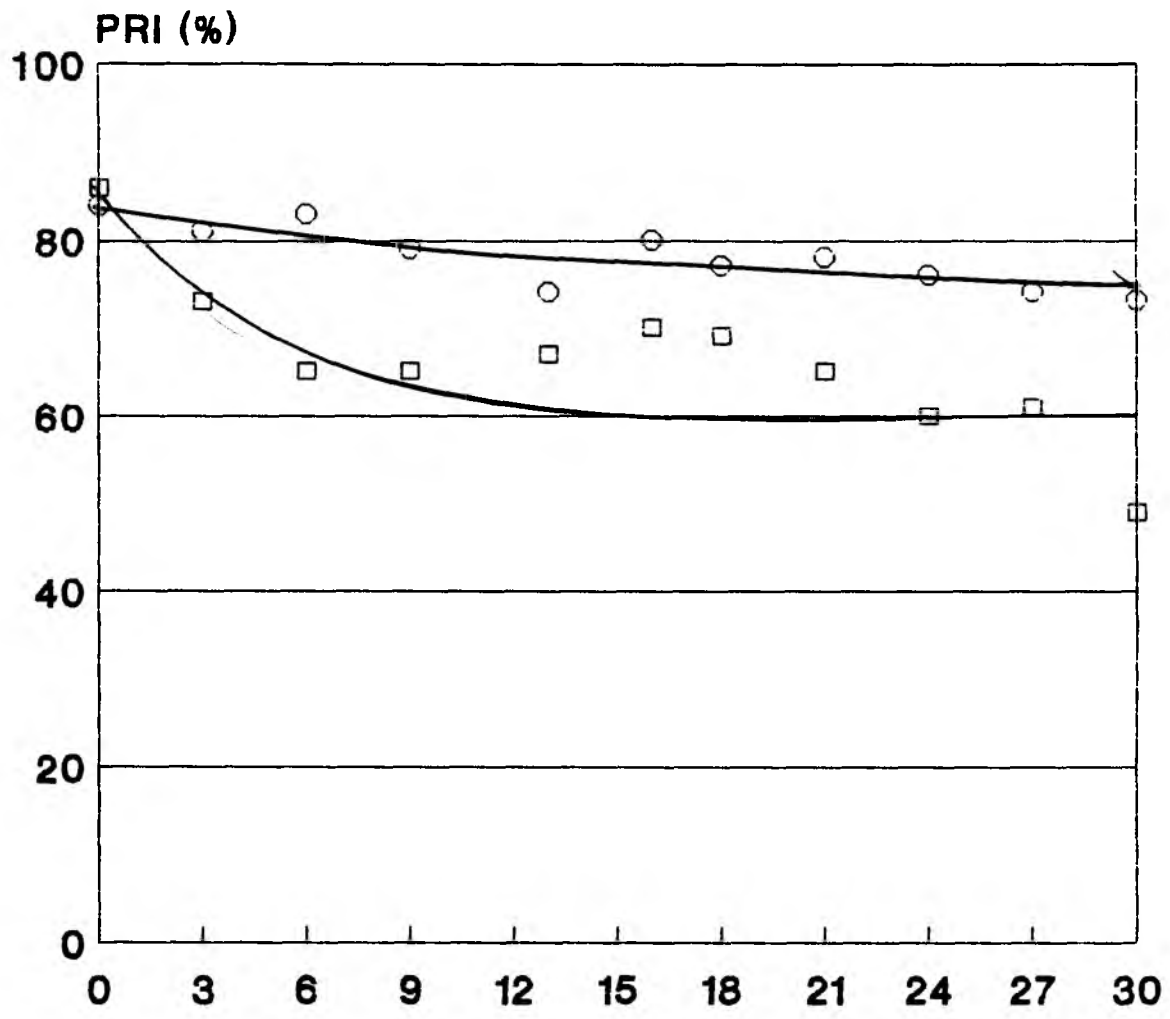
Tableau 8A. Les caractéristiques du caoutchouc sec du traitement 3.

| | | Mat. 0* | | Mat. 3 | | Mat. 18 | | Mat. 31 | |
|---|----------------------|---------|-------|--------|-------|---------|-------|---------|-------|
| Les caractéristiques | norme ISO 2000 | PR107 | PB217 | PR107 | PB217 | PR107 | PB217 | PR107 | PB217 |
| 1 Teneur en impu- retés % (m/m), max. | 0,05 | 0,011 | 0,007 | 0,008 | 0,012 | 0,007 | 0,015 | 0,011 | 0,012 |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 44 | 43 | 48 | 44 | 48 | 48 | 49 | 41 |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI) %, min. | 60 | 84 | 86 | 81 | 73 | 77 | 69 | 73 | 49 |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,41 | 0,47 | 0,31 | 0,34 | 0,20 | 0,19 | 0,16 | 0,18 |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,33 | 0,35 | 0,11 | 0,30 | 0,23 | 0,28 | 0,18 | 0,20 |
| 6 Taux de cendres, % (m/m) max. | 0,6 | 0,53 | 0,49 | 0,24 | 0,31 | 0,17 | 0,23 | 0,13 | 0,21 |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 4,5 | 4,0 | 4,5 | 4,5 | 5 | 6 | 5 | 6 |
| 8 Viscosité mooney : | | | | | | | | | |
| En mélange | | 49,5 | 49,0 | 44,0 | 44,5 | 46,5 | 46,0 | 47,0 | 43,0 |
| Cru (ML1+4; à 100°C) | | 80,0 | 81,0 | 90,0 | 92,0 | 84,0 | 91,0 | 89,0 | 44,0 |
| 9 Vitesse de vulcani- sation (min.-1). | | 17,09 | 15,15 | 16,13 | 16,13 | 17,54 | 17,86 | 17,24 | 17,09 |

* Motif "off latex" coagulation à l'acide acétique 5 %.

Courbe no. 7

INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 3

Commentaires Traitement 3.

* Evolution du PRI.

Le trempage des fonds de tasses dans une solution tampon acide permet d'éviter la chute du PRI du clone PB 217 pendant la maturation. Jusqu'à 27 jours de stockage de fonds de tasses, le PRI du PB 217 reste supérieur à 60 %.

En ce qui concerne le PR 107, son PRI est maintenant à un niveau supérieur à 70 % durant les 30 jours de maturation (voir courbe no. 7).

* Evolution des autres propriétés.

La teneur en impuretés est très faible et n'évolue pas significativement durant la maturation. Le taux de cendres a tendance à diminuer lorsque le temps de maturation augmente. Ceci peut s'expliquer par le passage en solution des composés minéraux contenus dans le coagulum.

La plasticité et la viscosité mooney évoluent peu durant la maturation.

La teneur en azote diminue pendant la maturation mais la vitesse de vulcanisation reste inchangée.

Il faut noter le faible indice de couleur du caoutchouc obtenu par ce mode de stockage (≤ 6).

III.3.2.2. Traitement 4 : Influence du temps de maturation des fonds de tasses sur le PRI en milieu basique (dans un tampon pH = 9).

a. 10 litres de latex de PR 107 et PB 217 sont répartis dans 50 tasses à raison de 200 ml de latex par tasses pour chaque clone.

b. Les tasses sont stockées sous toit jusqu'à coagulation.

c. Après coagulation, les fonds de tasses ont été immergées dans une solution tampon pH = 9 (ammoniaque + chlorure d'ammonium) (18).

d. Tous les 3 jours, 5 fonds de tasses sont usinés afin de mesurer le PRI du caoutchouc sec.

e. Les résultats obtenus permettent de tracer les courbes d'évolution du PRI en fonction du temps de maturation, voir tableaux 9, 9A et courbe no. 8.

Tableau 9 : Récapitulatif du protocole traitement 4.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Mat. (jours) | Clone | pH du sérum | Po | Pf | PRI |
|---------------|-----------------|--------|----------------|----|----|-----|
| U.0633 | 0* | PR 107 | 5,21 | 42 | 37 | 88 |
| .0634 | | PB 217 | 5,28 | 44 | 38 | 86 |
| .0661 | 3 | PR 107 | 6,19 | 46 | 40 | 87 |
| .0662 | | PB 217 | 6,31 | 48 | 37 | 77 |
| .0679 | 6 | PR 107 | 7,05 | 41 | 34 | 83 |
| .0680 | | PB 217 | 6,70 | 43 | 33 | 77 |
| .0685 | 9 | PR 107 | 7,41 | 43 | 34 | 79 |
| .0686 | | PB 217 | 7,05 | 42 | 29 | 69 |
| .0727 | 13 | PR 107 | 7,54 | 41 | 30 | 73 |
| .0728 | | PB 217 | 7,18 | 38 | 25 | 66 |
| .0755 | 16 | PR 107 | 7,48 | 40 | 29 | 73 |
| .0756 | | PB 217 | 7,35 | 41 | 27 | 66 |
| .0795 | 18 | PR 107 | 7,47 | 41 | 28 | 68 |
| .0796 | | PB 217 | 7,45 | 39 | 25 | 64 |
| .0799 | 21 | PR 107 | 7,63 | 42 | 29 | 69 |
| .0800 | | PB 217 | 7,35 | 39 | 25 | 64 |
| .0825 | 24 | PR 107 | 7,85 | 40 | 26 | 65 |
| .0826 | | PB 217 | 7,50 | 35 | 20 | 57 |
| .0829 | 27 | PR 107 | 8,25 | 39 | 25 | 64 |
| .0830 | | PB 217 | 8,05 | 35 | 19 | 54 |
| .0837 | 30 | PR 107 | 8,52 | 42 | 27 | 64 |
| .0838 | | PB 217 | 8,36 | 38 | 24 | 63 |

*) Motif "off latex" coagulation à l'acide acétique 5 %, usinage classique.

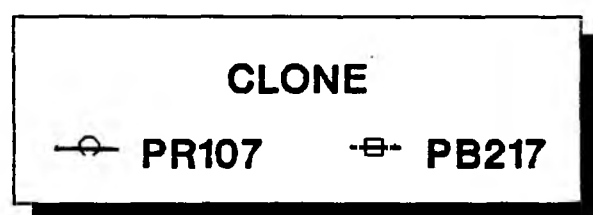
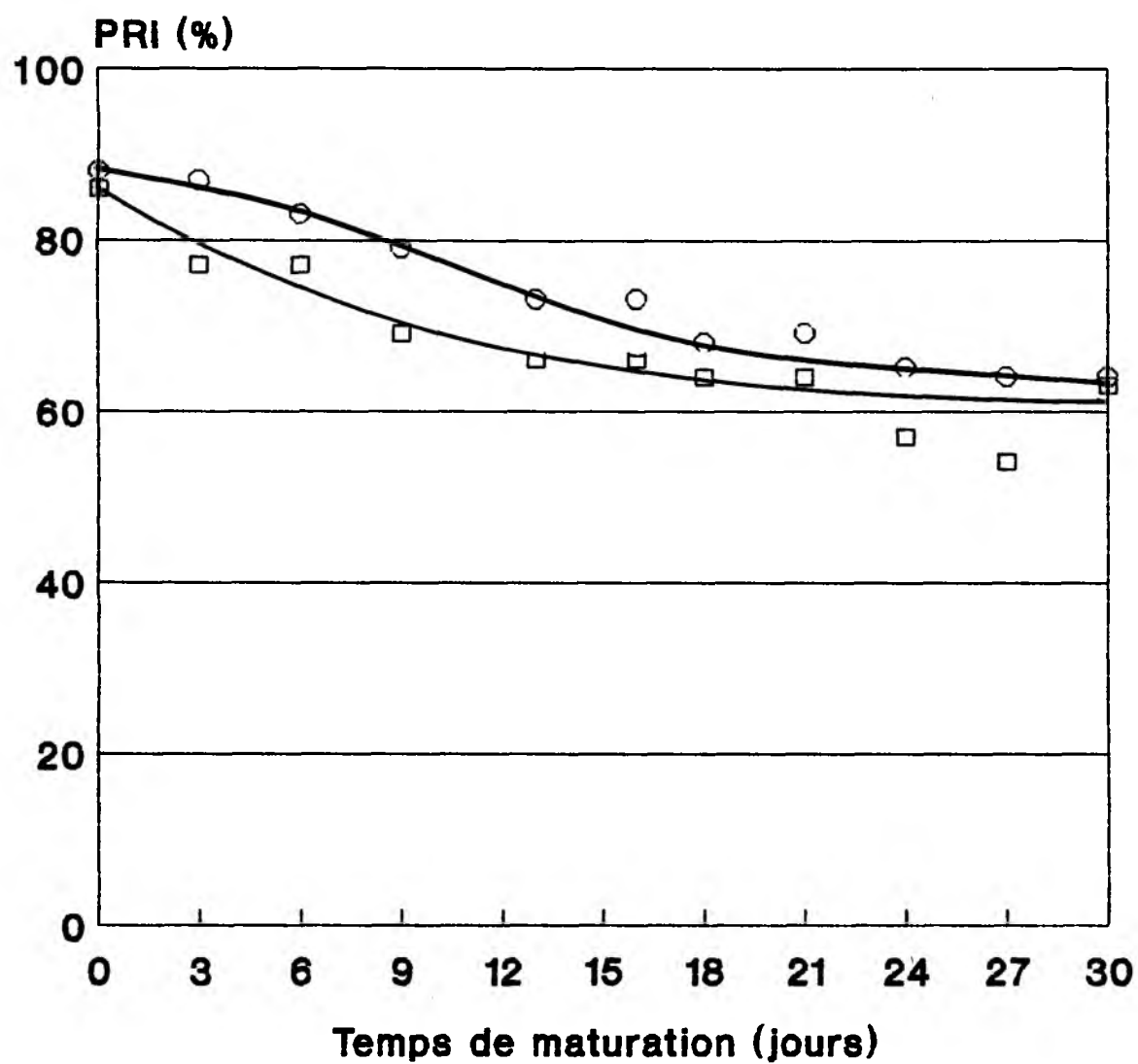
Tableau 9A: Les caractéristiques du caoutchouc sec du traitement 4.

| | | Mat. 0* | | Mat. 3 | | Mat. 18 | | Mat. 30 | |
|---|----------|---------|-------|--------|-------|---------|-------|---------|-------|
| | | norme | | | | | | | |
| Les caractéristiques | ISO 2000 | PR107 | PB217 | PR107 | PB217 | PR107 | PB217 | PR107 | PB217 |
| 1 Teneur en impu- retés % (m/m), max. | 0,05 | 0,014 | 0,012 | 0,010 | 0,011 | 0,011 | 0,012 | 0,010 | 0,012 |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 42 | 44 | 46 | 48 | 41 | 39 | 42 | 38 |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI) %, min. | 60 | 88 | 86 | 87 | 77 | 68 | 64 | 64 | 63 |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,42 | 0,47 | 0,31 | 0,34 | 0,19 | 0,21 | 0,15 | 0,17 |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,42 | 0,44 | 0,14 | 0,26 | 0,23 | 0,26 | 0,17 | 0,21 |
| 6 Taux de cendres, % (m/m) max. | 0,6 | 0,54 | 0,59 | 0,25 | 0,31 | 0,19 | 0,25 | 0,16 | 0,22 |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 4,5 | 4,5 | 4,5 | 4,5 | 6,5 | 7,0 | 4 | 5 |
| 8 Viscosité mooney : | | | | | | | | | |
| En mélange | | 50,0 | 50,0 | 46,5 | 45,0 | 46,0 | 42,5 | 44,5 | 40,5 |
| Cru (ML1+4; à 100°C) | | 78,0 | 80,0 | 84,0 | 90,0 | 92,0 | 69,0 | 78,0 | 70,0 |
| 9 Vitesse de vulcani- sation (min.-1). | | 16,81 | 18,18 | 16,39 | 16,81 | 15,75 | 15,15 | 15,63 | 16,13 |

* Motif "off latex" coagulation à l'acide acétique 5 %.

Courbe no. 8

INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 4

Commentaires Traitement 4.

* Evolution du PRI.

Le trempage des fonds de tasses dans une solution tampon basique conduit aux mêmes résultats qu'en milieu acide : les PRI des clones PR 107 et PB 217 restent supérieurs à 60 % même après 30 jours de maturation (voir courbe no. 8).

* Evolution des autres propriétés.

Les observations sont les mêmes que pour le traitement 3. On peut simplement noter une diminution de la plasticité et de la viscosité mooney au cours de maturation.

III.3.2.3. Traitement 5 : Influence du temps de maturation des fonds de tasses trempés dans l'eau sur le PRI du caoutchouc résultant.

a. 15 litres de latex de PR 107 et PB 217 sont répartis dans 75 tasses à raison de 200 ml latex par tasse pour chaque clone.

b. Les tasses sont stockées sous toit jusqu'à coagulation.

c. Après coagulation, 50 fonds de tasses de chaque clone ont été immergés dans l'eau. Les 25 fonds de tasses restant, maturés à l'air, constitueront un témoin.

d. Tous les 3 jours, 5 fonds de tasses de chaque clone sont usinés afin de mesurer le PRI du caoutchouc sec. Pour le témoin, les mesures sont effectuées pour 0, 3, 12, 21 et 30 jours de maturation.

e. les résultats obtenus permettent de tracer les courbes d'évolution du PRI en fonction du temps de maturation, voir tableaux 10, 10 A, 10 B et courbes 9 et 10.

Tableau 10 : Récapitulatif du protocole traitement 5.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| N° Enreg | Mat. (j) | Clone | pH du sérum | | Po | | Pf | | PRI | |
|-------------|-------------|-------|----------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | | | Témoin | Trempé | Témoin | Trempé | Témoin | Trempé | Témoin | Trempé |
| U0833 | 0* | PR107 | 6,78 | - | 46 | 43 | 40 | 37 | 87 | 86 |
| 0834 | | PB217 | 5,50 | - | 52 | 51 | 43 | 43 | 83 | 84 |
| 0841 | 3 | PR107 | 5,81 | 6,02 | 54 | 50 | 42 | 39 | 78 | 78 |
| 0842 | | PB217 | 5,53 | 5,98 | 55 | 52 | 46 | 31 | 84 | 79 |
| 0888 | 6 | PR107 | - | 6,37 | - | 50 | - | 39 | - | 78 |
| 0889 | | PB217 | - | 6,25 | - | 53 | - | 36 | - | 68 |
| 0890 | 9 | PR107 | - | 6,47 | - | 51 | - | 38 | - | 75 |
| 0891 | | PB217 | - | 6,45 | - | 47 | - | 30 | - | 64 |
| 0908 | 12 | PR107 | 6,36 | 6,50 | 55 | 55 | 39 | 42 | 71 | 76 |
| 0909 | | PB217 | - | 6,80 | 54 | 50 | 30 | 33 | 56 | 66 |
| 0910 | 15 | PR107 | - | 6,64 | - | 53 | - | 41 | - | 77 |
| 0911 | | PB217 | - | 6,42 | - | 54 | - | 34 | - | 62 |
| 0922 | 18 | PR107 | - | 6,52 | - | 48 | - | 36 | - | 75 |
| 0923 | | PB217 | - | 6,46 | - | 50 | - | 30 | - | 60 |
| 0926 | 21 | PR107 | 6,66 | 6,30 | 48 | 49 | 33 | 35 | 68 | 71 |
| 0927 | | PB217 | - | 6,54 | 50 | 46 | 26 | 27 | 52 | 58 |
| 0966 | 24 | PR107 | - | 6,66 | - | 49 | - | 36 | - | 73 |
| 0967 | | PB217 | - | 7,01 | - | 39 | - | 13 | - | 33 |
| 0968 | 27 | PR107 | - | 6,70 | - | 47 | - | 34 | - | 72 |
| 0969 | | PB217 | - | 7,03 | - | 34 | - | 10 | - | 29 |
| 0972 | 30 | PR107 | 7,24 | 7,18 | 47 | 46 | 33 | 33 | 70 | 72 |
| 0973 | | PB217 | - | 7,35 | 53 | 32 | 38 | 8 | 72 | 25 |

Tableau 10 A : Les caractéristiques du caoutchouc sec du traitement 5 (témoin)

| Propriétés | norme ISO 2000 | Mat. 0* | | Mat. 3 | | Mat. 12 | | Mat. 21 | | Mat. 30 | |
|---------------------------------------|----------------------|---------|-------|--------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|
| | | PR | PB | PR | PB | PR | PB | PR | PB | PR | PB |
| | | 107 | 217 | 107 | 217 | 107 | 217 | 107 | 217 | 107 | 217 |
| 1 Impu- retés % m/m)mat. | 0,05 | 0,025 | 0,012 | 0,012 | 0,012 | 0,009 | 0,009 | 0,012 | 0,013 | 0,009 | 0,009 |
| 2 Po min. | 30 | 46 | 52 | 54 | 55 | 55 | 54 | 48 | 50 | 47 | 53 |
| 3 PRI min. | 60 | 87 | 83 | 78 | 84 | 71 | 56 | 69 | 52 | 70 | 72 |
| 4 Azote max. | 0,6 | 0,42 | 0,36 | 0,31 | 0,28 | 0,31 | 0,22 | 0,22 | 0,19 | 0,18 | 0,23 |
| 5 Mat.Vol. max. | 1,0 | 0,44 | 0,44 | 0,28 | 0,32 | 0,14 | 0,21 | 0,27 | 0,35 | 0,16 | 0,19 |
| 6 Cendres max. | 0,6 | 0,45 | 0,46 | 0,25 | 0,30 | 0,42 | 0,54 | 0,44 | 0,95 | 0,49 | 0,50 |
| 7 Coul. max. | 6,0 | 5,0 | 5,0 | 6,0 | 4,0 | 12,0 | 7,5 | 12,0 | 10,0 | 11,0 | 14,0 |
| 8. VM : | | | | | | | | | | | |
| Cru | | 78 | 92 | 91 | 91 | 90 | 96 | 86 | 94 | 85 | 95 |
| En mélange | | - | 51,5 | 50 | 41,5 | 47,5 | 47 | 48 | 47 | 49 | 50 |
| 9 Vitesse de Vulc. (min.-1). | | - | 12,27 | 19,05 | 20,62 | 18,52 | 17,39 | 15,63 | 16,67 | 14,8 | 16,81 |

* Motif "off latex" coagulation à l'acide acétique 5 % ; usinage classique.

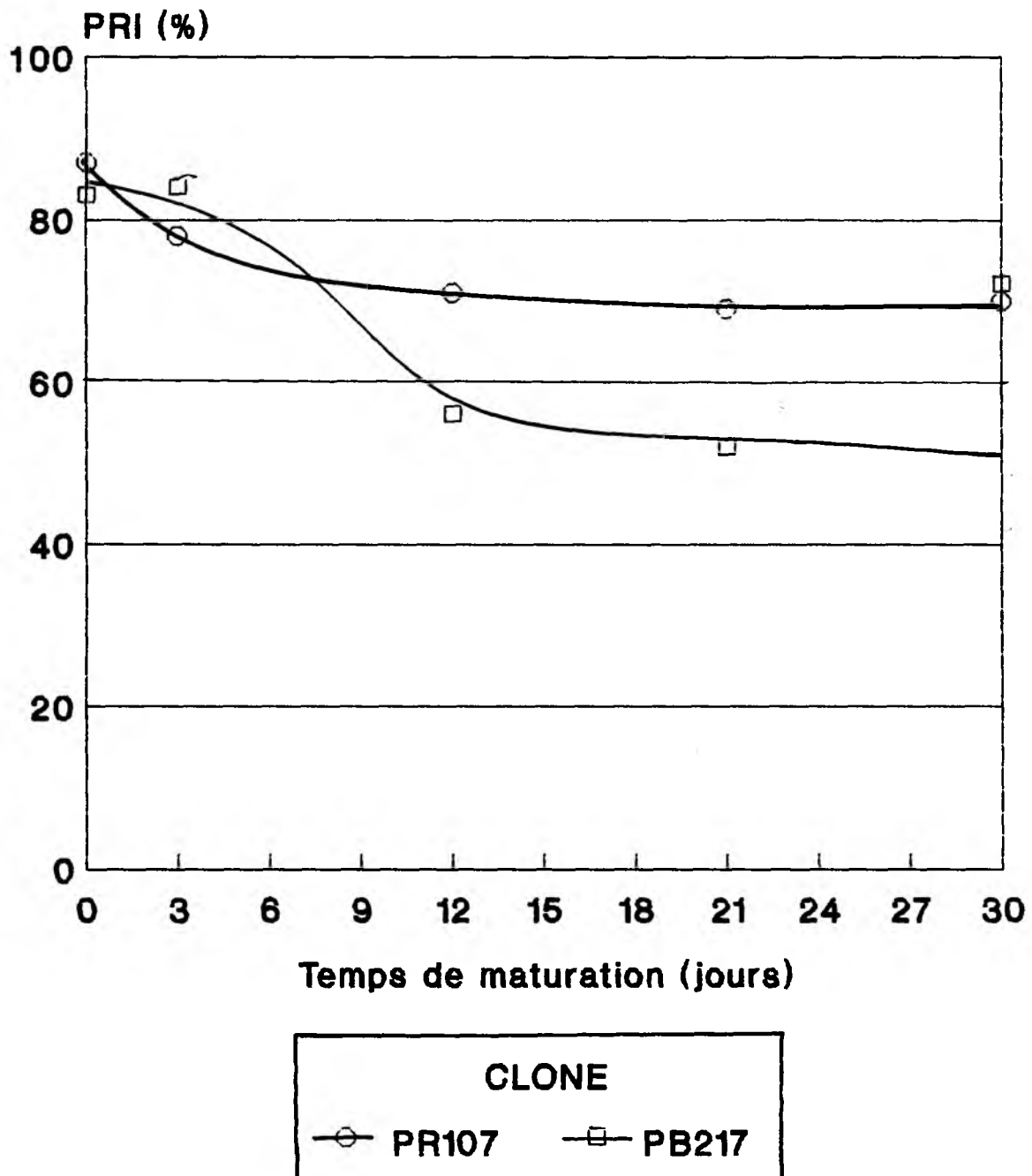
Tableau 10 B: Les caractéristiques du caoutchouc sec du traitement 5 (trempés).

| | | Mat. 0* | | Mat. 3 | | Mat. 12 | | Mat. 21 | | Mat. 30 | |
|---------------------------------------|-------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | norm ISO | | | | | | | | | | |
| Propriétés | 2000 | PR 107 | PB 217 | PR 107 | PB 217 | PR 107 | PB 217 | PR 107 | PB 217 | PR 107 | PB 217 |
| 1 Impu- retés % m/m)mat. | 0,05 | 0,011 | 0,010 | 0,014 | 0,013 | 0,010 | 0,009 | 0,023 | 0,024 | 0,021 | 0,012 |
| 2 Po min. | 30 | 43 | 51 | 50 | 52 | 55 | 50 | 49 | 46 | 46 | 32 |
| 3 PRI min. | 60 | 86 | 84 | 78 | 79 | 76 | 66 | 71 | 59 | 72 | 25 |
| 4 Azote max. | 0,6 | 0,40 | 0,35 | 0,30 | 0,30 | 0,23 | 0,17 | 0,17 | 0,13 | 0,19 | 0,16 |
| 5 Mat.Vol. max. | 1,0 | 0,41 | 0,31 | 0,21 | 0,17 | 0,14 | 0,18 | 0,20 | 0,13 | 0,17 | 0,19 |
| 6 Cendres max. | 0,6 | 0,45 | 0,40 | 0,27 | 0,19 | 0,24 | 0,17 | 0,19 | 0,14 | 0,25 | 0,18 |
| 7 Coul. max. | 6,0 | 9,0 | 10,0 | 5,0 | 3,5 | 5,0 | 3,5 | 5,5 | 3,5 | 6,0 | 5,0 |
| 8. VM : | | | | | | | | | | | |
| Cru | | 71 | 91 | 87 | 89 | 91 | 101 | 88 | 95 | 86 | 65 |
| En mélange | | 46 | 51,5 | 51 | 49 | 51 | 44 | 46,5 | 41 | 48,5 | 37 |
| 9 Vitesse de Vulc. (min.-1). | | 11,24 | 10,31 | 19,42 | 13,70 | 18,34 | 15,50 | 14,29 | 17,54 | 17,24 | 16,95 |

* Motif "off latex" coagulation à l'acide acétique 5 % usage classique.

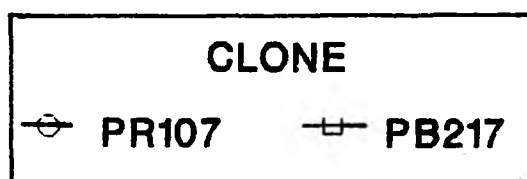
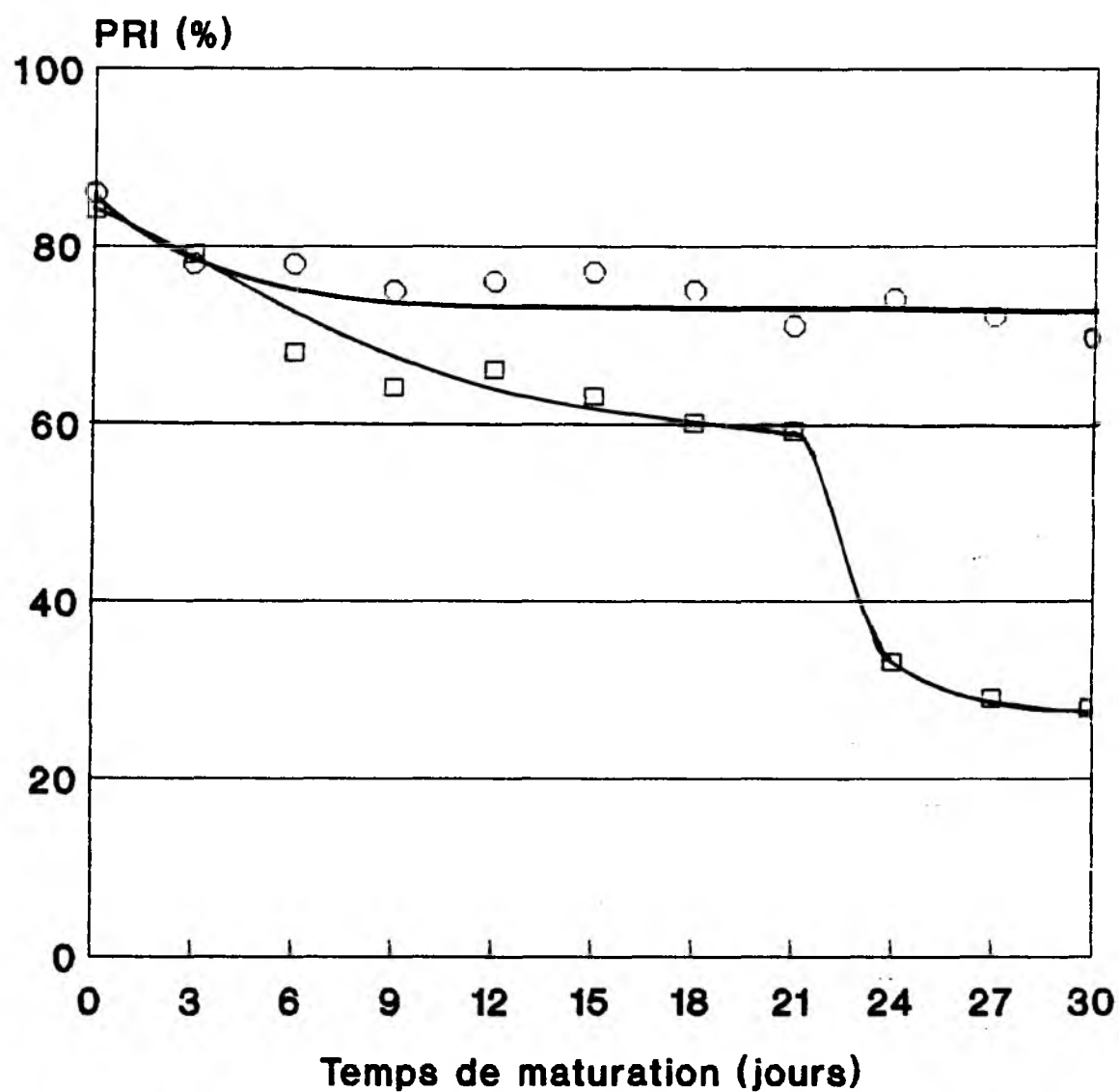
Courbe no. 9

INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE PRI

**TRAITEMENT 5 (TEMOIN)**

Courbe no. 10

INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE PRI

**TRAITEMENT 5 (TREMPE)**

Commentaires Traitement 5.

* Evolution du PRI.

Pour le témoin (voir courbe no. 9), nous observons une chute du PRI du clone PB 217 au environs de 6 jours de maturation tandis que le PR 107 maintienr son PRI à un niveau supérieur à 60 %.

Le trempage des fonds de tasses dans l'eau ne permet pas d'éviter la chute du PRI du PB 217 qui intervient alors vers 20 jours de maturation (voir courbe no. 10). Quant au PR 107, il garde un PRI constant et supérieur à 60 % tout au long de la maturation.

* Evolution des autres propriétés.

Si l'on compare les resultats obtenus pour le témoin et pour l'essai (tableaux 10 A et 10 B), il apparait que le trempage des fonds de tasses dans l'eau diminue le taux de cendres et l'indice de couleur. Les autres propriétés ne sont pas modifier de façon significative par cette méthode de stockage de fonds de tasses.

III.3.2.5. Traitement 6 : Influence du pH de coagulation du latex sur l'évolution du PRI au cours de la maturation.

a. 15 litres de latex de PR 107 et PB 217 sont répartis dans 5 seaux (3 litres de latex par seau). Dans chaque seau, on ajoute de l'acide acétique à 5 % jusqu'à pH 6,0; 5,6; 5,2; 4,8 ; et 4,4.

b. Le latex de chaque seau est réparti dans 15 tasses (200 ml de latex par tasse) pour maturation sous toit.

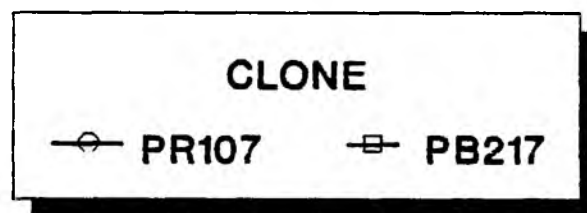
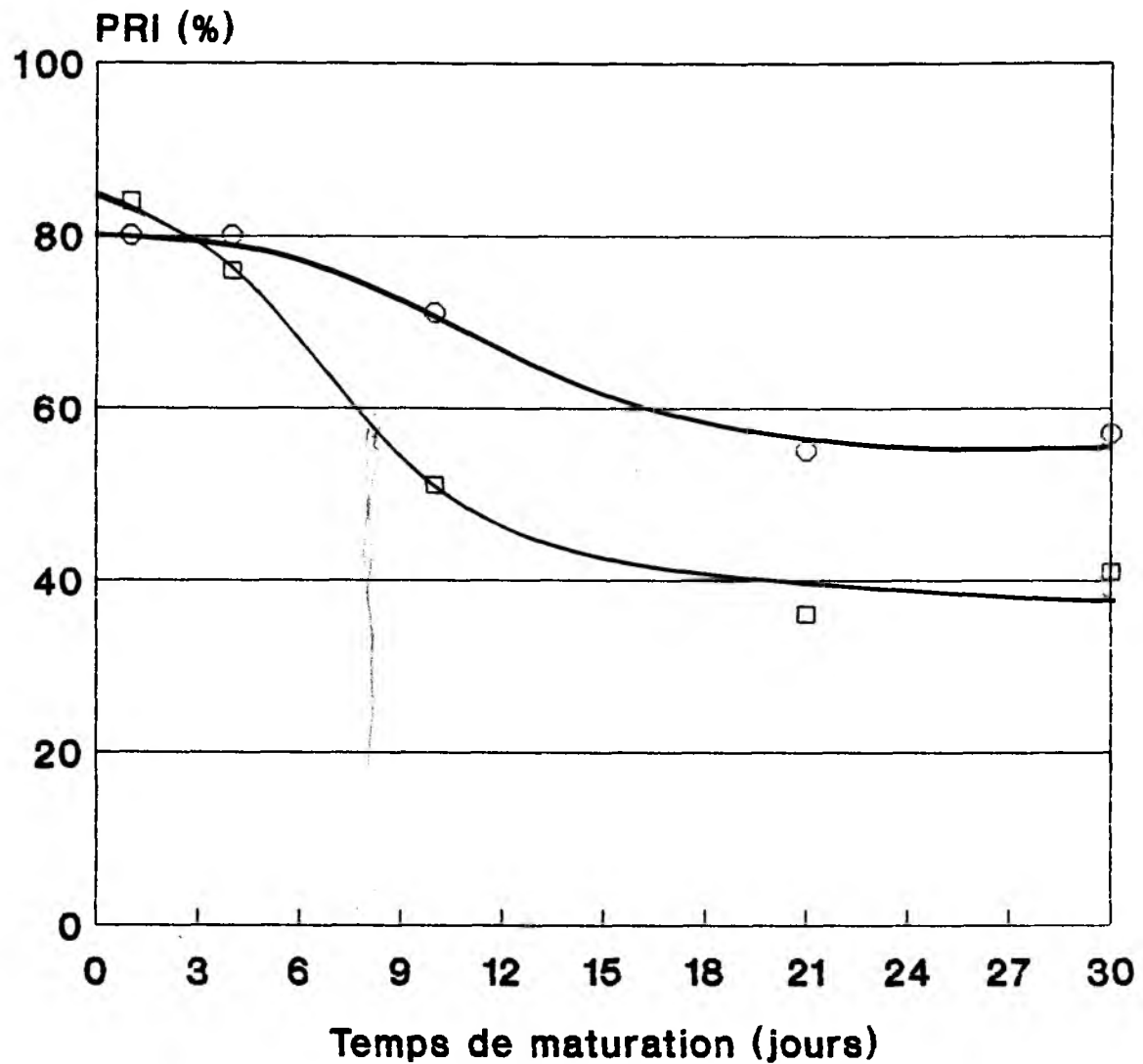
c. A maturation 1, 4, 10, 21, et 30 jours, les fonds de tasses sont usinés pour obtenir du caoutchouc sec dont on mesure le PRI.

d. Les résultats obtenus permettent de tracer les courbes d'évolution du PRI en fonction du temps de maturation, voir tableau 11 et courbes 11, 12, 13, 14, et 15.

Tableau 11 : Coagulation du latex à différents pH.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

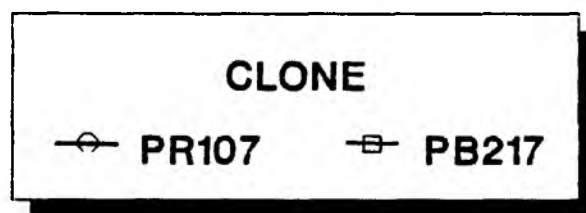
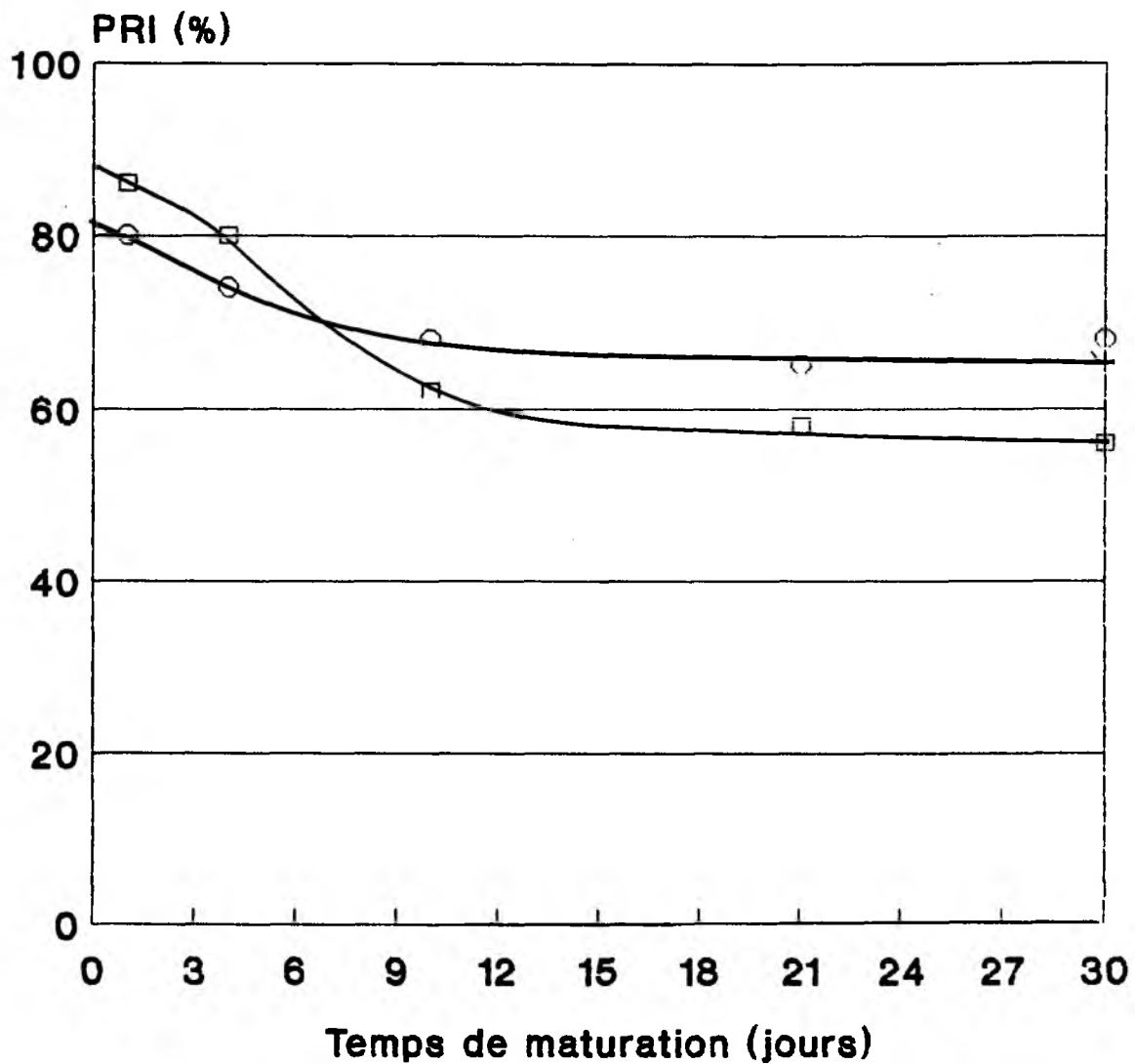
| Mat. (jours) | Clones | pH = 6,0 | | | pH = 5,6 | | | pH = 5,2 | | | pH = 4,8 | | | pH = 4,4 | | |
|-----------------|--------|----------|----|-----|----------|----|-----|----------|----|-----|----------|----|-----|----------|----|-----|
| | | Po | Pf | PRI | Po | Pf | PRI | Po | Pf | PRI | Po | Pf | PRI | Po | Pf | PRI |
| 1 | PR 107 | 54 | 43 | 80 | 51 | 41 | 80 | 50 | 40 | 80 | 48 | 38 | 79 | 50 | 40 | 80 |
| | PB 217 | 49 | 41 | 84 | 50 | 43 | 86 | 50 | 41 | 82 | 49 | 41 | 84 | 48 | 40 | 83 |
| 4 | PR 107 | 56 | 45 | 80 | 58 | 43 | 74 | 59 | 45 | 76 | 59 | 43 | 73 | 58 | 44 | 76 |
| | PB 217 | 59 | 45 | 76 | 59 | 47 | 80 | 57 | 42 | 74 | 58 | 45 | 78 | 58 | 45 | 78 |
| 10 | PR 107 | 55 | 39 | 71 | 59 | 40 | 68 | 60 | 42 | 70 | 60 | 38 | 63 | 56 | 40 | 71 |
| | PB 217 | 49 | 25 | 51 | 53 | 33 | 62 | 49 | 22 | 45 | 53 | 37 | 70 | 53 | 36 | 68 |
| 21 | PR 107 | 60 | 33 | 55 | 65 | 42 | 65 | 62 | 40 | 65 | 57 | 38 | 67 | 55 | 40 | 73 |
| | PB 217 | 47 | 17 | 36 | 52 | 30 | 58 | 50 | 29 | 58 | 53 | 36 | 68 | 49 | 33 | 67 |
| 30 | PR 107 | 60 | 34 | 57 | 65 | 44 | 68 | 64 | 44 | 69 | 62 | 41 | 66 | 56 | 41 | 73 |
| | PB 217 | 44 | 18 | 41 | 52 | 29 | 56 | 51 | 27 | 53 | 51 | 33 | 65 | 47 | 31 | 66 |

INFLUENCE DU pH DE COAGULATION SUR LE PRI



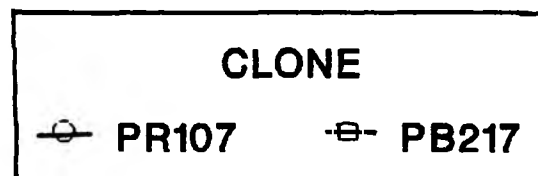
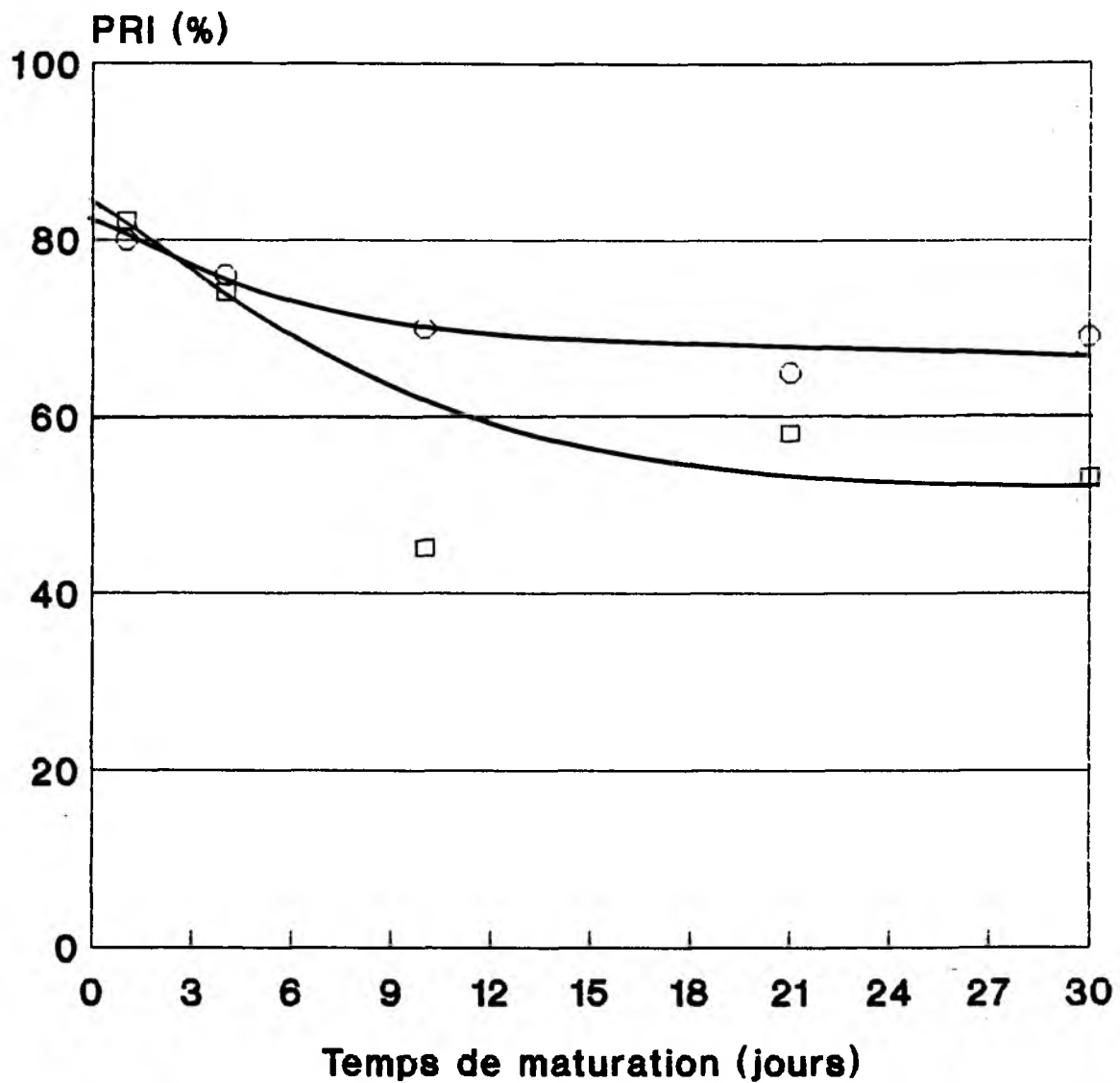
TRAITEMENT 6, pH = 6

INFLUENCE DU pH DE COAGULATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 6 , pH = 5,6

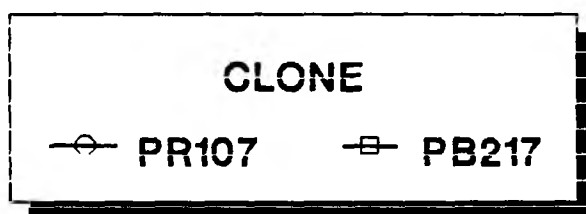
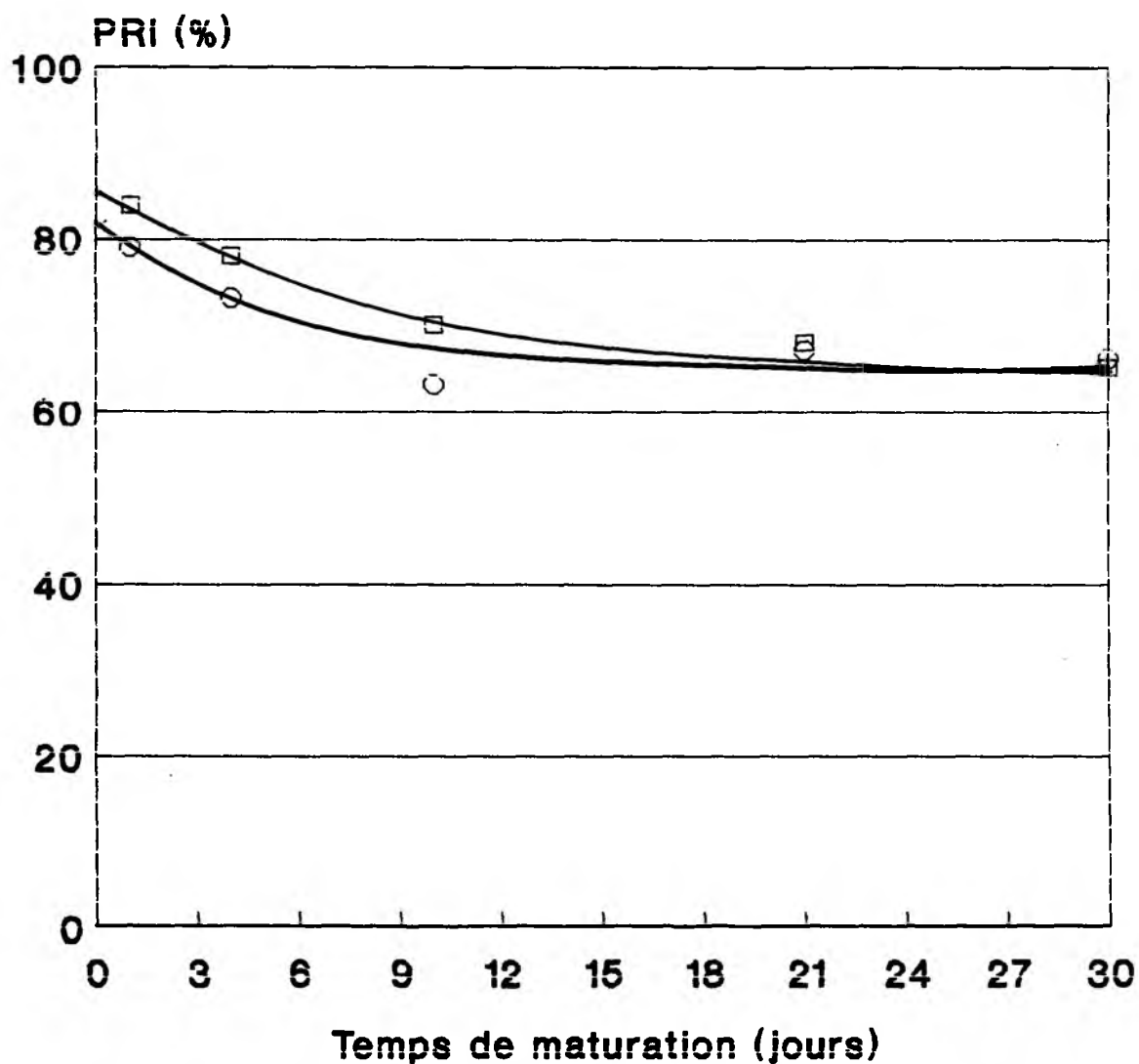
INFLUENCE DU pH DE COAGULATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 6, pH = 5,2

Courbe no. 14

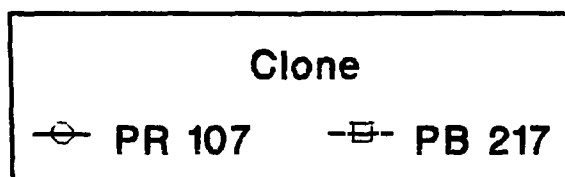
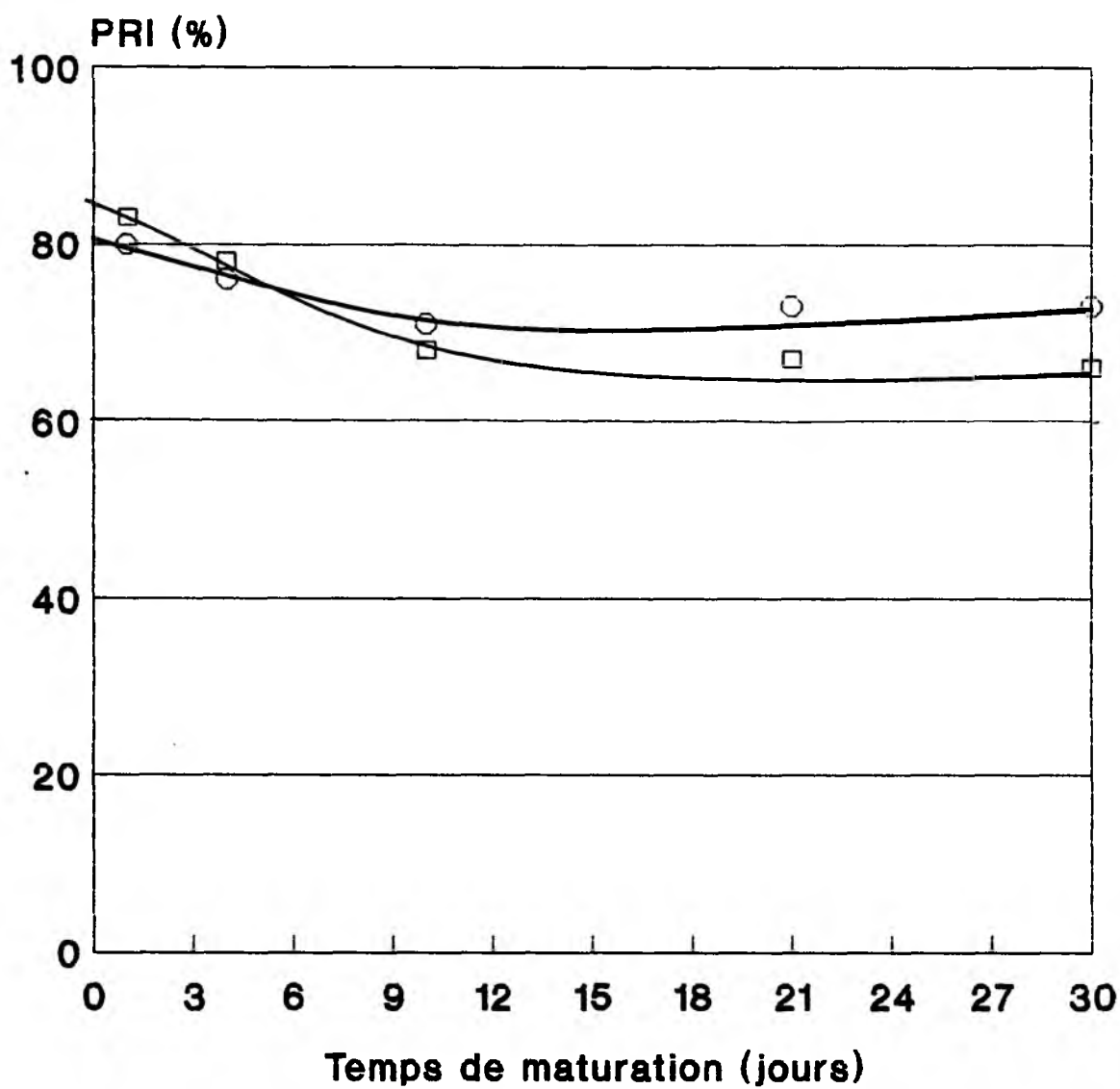
INFLUENCE DU pH DE COAGULATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 6, pH = 4,8

Courbe no. 15

INFLUENCE DU pH DE COAGULATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 6, pH = 4,4

Commentaires Traitement 6.

La coagulation à l'acide à un pH inférieur ou égal à 4,8 permet de maintenir le PRI du PB 217 à un niveau supérieur à 60 % pendant les 30 jours de maturation (voir courbes 14 et 15). Pour un pH de coagulation supérieur ou égal à 5,2, nous observons la chute du PRI du PB 217 aux environ de 6 jours de maturation (voir courbes 11, 12, et 13).

On peut noter, pour la coagulation à pH 6, une diminution du PRI du PR 107 au cours de la maturation; ce phénomène n'intervenant pas pour les pH plus acide.

III.3.2.6. Traitement 7 : Amélioration du PRI des caoutchouc de fonds de tasses par trempage dans des solutions préservatrices.

a. 30 litres le latex de PR 107 et PB 217 sont repartis dans 150 tasses à raison de 200 ml du latex par tasses pour chaque clone.

b. Les fonds de tasses sont stockées sous toit jusqu'à coagulation.

c. Après coagulation, 30 fonds de tasses de chaque clone sont immergés dans les solutions suivantes :

- Témoin (sans trempage),
- Formol, concentration 5 %
- Eau de javel, concentration 1 g de Cl₂/litre d'eau
- Penta chloro phenate de soude, concentration 5 %.

d. A maturation 3, 9, 15, 24, 27, et 30 jours, 5 fonds de tasses sont usinés afin de mesurer toutes les caractéristiques du caoutchouc sec.

e. Les résultats obtenus après 30 jours permettent de tracer la courbe d'évolution du PRI en fonction de temps de maturation, voir tableaux 12, 13, 14, 15 et courbes 16, 17, 18, et 19.

Tableau 12 : Fonds de tasses sans trempage (témoin).
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Mat. (jours) | Clone | Po | Pf | PRI |
|---------------|-----------------|-------|----|----|-----|
| 1059 | 3 | PR107 | 51 | 33 | 65 |
| 1060 | | PB217 | 51 | 38 | 75 |
| 1095 | 9 | PR107 | 49 | 23 | 47 |
| 1096 | | PB217 | 34 | 5 | 17 |
| 1129 | 15 | PR107 | 52 | 24 | 46 |
| 1130 | | PB217 | 31 | 3 | 10 |
| 1215 | 24 | PR107 | 42 | 22 | 52 |
| 1216 | | PB217 | 11 | - | - |
| 1237 | 27 | PR107 | 45 | 26 | 58 |
| - | | PB217 | - | - | - |
| 1260 | 30 | PR107 | 46 | 26 | 57 |
| - | | PB217 | - | - | - |

Note : A partir de 24 jours de maturation, pour le PB 217 il n'est pas possible de mesurer les caractéristiques du caoutchouc parce qu'il est très mou et collant.

Tableau 13 : Fonds de tasses trempés dans solution formol 5 %.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Mat. (jours) | Clone | Po | Pf | PRI |
|---------------|-----------------|-------|----|----|-----|
| 1061 | 3 | PR107 | 35 | 26 | 74 |
| 1062 | | PB217 | 39 | 27 | 69 |
| 1097 | 9 | PR107 | 34 | 26 | 76 |
| 1098 | | PB217 | 39 | 28 | 72 |
| 1131 | 15 | PR107 | 32 | 19 | 59 |
| 1132 | | PB217 | 44 | 31 | 70 |
| 1217 | 24 | PR107 | 35 | 25 | 71 |
| 1218 | | PB217 | 43 | 34 | 79 |
| 1238 | 27 | PR107 | 35 | 25 | 71 |
| 1239 | | PB217 | 41 | 31 | 76 |
| 1261 | 30 | PR107 | 34 | 25 | 74 |
| 1262 | | PB217 | 43 | 33 | 77 |

Tableau 14 : Fonds de tasses trempés dans solution eau de
javel, concentration 1 g de Cl₂/l d'eau.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Mat (jours) | Clone | Po | Pf | PRI |
|---------------|----------------|-------|----|----|-----|
| 1063 | 3 | PR107 | 49 | 32 | 65 |
| 1064 | | PB217 | 40 | 26 | 65 |
| 1099 | 9 | PR107 | 51 | 29 | 57 |
| 1100 | | PB217 | 32 | 18 | 56 |
| 1133 | 15 | PR107 | 53 | 31 | 58 |
| 1134 | | PB217 | 36 | 8 | 22 |
| 1219 | 24 | PR107 | 53 | 30 | 57 |
| 1220 | | PB217 | 11 | - | - |
| 1240 | 27 | PR107 | 51 | 28 | 55 |
| - | | PB217 | - | - | - |
| 1263 | 30 | PR107 | 53 | 29 | 55 |
| - | | PB217 | - | - | - |

Note : A partir de 24 jours de maturation, pour le PB 217
il n'est pas possible de mesurer les caractéristiques
du caoutchouc parce qu'il est très mou et collant.

Tableau 15 : Fonds de tasses trempés dans solution penta chloro phenate de soude, concentration 5 %.
Résultats moyens sur 3 repetitions.

| No. Enreg. | Mat. (jours) | Clone | Po | Pf | PRl |
|---------------|-----------------|-------|----|----|-----|
| 1065 | 3 | PR107 | 54 | 28 | 52 |
| 1066 | | PB217 | 47 | 29 | 62 |
| 1101 | 9 | PR107 | 52 | 24 | 46 |
| 1102 | | PB217 | 40 | 19 | 48 |
| 1135 | 15 | PR107 | 54 | 25 | 46 |
| 1136 | | PB217 | 35 | 10 | 29 |
| 1221 | 24 | PR107 | 51 | 25 | 49 |
| 1222 | | PB217 | 26 | 5 | 19 |
| 1241 | 27 | PR107 | 46 | 21 | 46 |
| 1242 | | PB217 | 25 | 7 | 28 |
| 1264 | 30 | PR107 | 47 | 22 | 47 |
| 1265 | | PB217 | 28 | 6 | 21 |

Tableau 12 A : Les caracteristiques du caoutchouc sec
(PR 107, témoin).

| Les caracteristiques | Norme ISO 2000 | Mat. 3 PR 107 | Mat. 9 PR 107 | Mat. 15 PR 107 | Mat. 24 PR 107 | Mat. 27 PR 107 | Mat. 30 PR 107 |
|--|----------------------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 1 Teneur en impure- tés, % (m/m) max. | 0,05 | 0,011 | 0,005 | 0,013 | 0,011 | 0,005 | 0,012 |
| 2 Plasticité initia- le (Po), min. | 30 | 51 | 49 | 52 | 42 | 45 | 46 |
| 3 Indice de réten- tion de plastici- té (PRl), %, min. | 60 | 65 | 47 | 46 | 52 | 58 | 57 |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,34 | 0,53 | 0,15 | 0,25 | 0,22 | 0,20 |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,42 | 0,33 | 0,37 | 0,14 | 0,55 | 0,31 |
| 6 Taux de cendres, % (m/m), max. | 0,6 | 0,59 | 0,62 | 0,79 | 0,96 | 0,98 | 1,02 |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 13 | 12 | 12 | 11 | 14 | +16 |
| 8 Viscosité Mooney : Cru (ML1+4, à 100°C En mélange | - | 95 53 | 93 49 | 94 55 | 84 50 | 93 53 | 74 49,5 |
| 9 Vitesse de vulcani- sation (min.-1). | - | 16,19 | 15,40 | 14,33 | 13,51 | 13,88 | 11,76 |

Tableau 12 A : Les caractéristiques du caoutchouc sec
(PB 217, témoin).

| Les caractéristiques | Norme ISO 2000 | Mat. 3 PB 217 | Mat. 9 PB 217 | Mat.15 PB 217 | Mat.24 PB 217 | Mat.27 PB 217 | Mat.30 PB 217 |
|--|----------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| 1 Teneur en impuretés, % (m/m) max. | 0,05 | 0,009 | 0,006 | 0,011 | 0,008 | - | - |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 51 | 34 | 31 | 11 | - | - |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI), %, min. | 60 | 75 | 17 | 10 | - | - | - |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,37 | 0,22 | 0,15 | 0,13 | - | - |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,24 | 0,21 | 0,15 | 0,21 | - | - |
| 6 Taux de cendres, % (m/m), max. | 0,6 | 0,25 | 0,32 | 0,35 | 0,34 | - | - |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 4,5 | 8,5 | 8,5 | 8,5 | - | - |
| 8 Viscosité Mooney : Cru (ML1+4, à 100°C) | - | 94 | 79 | 64 | 23 | - | - |
| En mélange | - | 48 | 37,5 | 36,5 | 19 | - | - |
| 9 Vitesse de vulcanisation (min.-1). | - | 15,86 | 14,97 | 13,64 | 16,67 | - | - |

Tableau 13 A : Les caractéristiques du caoutchouc sec
(PR 107, Formol 5%).

| Les caractéristiques | Norme ISO 2000 | Mat. 3 PR 107 | Mat. 9 PR 107 | Mat.15 PR 107 | Mat.24 PR 107 | Mat.27 PR 107 | Mat.30 PR 107 |
|--|----------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| 1 Teneur en impuretés, % (m/m) max. | 0,05 | 0,009 | 0,026 | 0,011 | 0,010 | 0,008 | 0,008 |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 35 | 34 | 32 | 35 | 35 | 34 |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI), %, min. | 60 | 74 | 76 | 59 | 71 | 71 | 74 |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,38 | 0,37 | 0,40 | 0,42 | 0,41 | 0,39 |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,25 | 0,25 | 0,22 | 0,23 | 0,18 | 0,18 |
| 6 Taux de cendres, % (m/m), max. | 0,6 | 0,36 | 0,30 | 0,31 | 0,26 | 0,25 | 0,20 |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 8,5 | 10 | 10 | 13 | 14 | 10 |
| 8 Viscosité Mooney : Cru (ML1+4, à 100°C) | - | 63 | 62 | 59 | 62 | 63 | 87 |
| En mélange | - | 37 | 36,5 | 47,5 | 36 | 39 | 37 |
| 9 Vitesse de vulcanisation (min.-1). | - | 14,47 | 13,81 | 13,08 | 14,49 | 15,87 | 14,71 |

Tableau 13 A : Les caractéristiques du caoutchouc sec
(PB 217, Formol 5%).

| Les caractéristiques | Norme ISO 2000 | Mat. 3 PB 217 | Mat. 9 PB 217 | Mat. 15 PB 217 | Mat. 24 PB 217 | Mat. 27 PB 217 | Mat. 30 PB 217 |
|--|----------------------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 1 Teneur en impuretés, % (m/m) max. | 0,05 | 0,009 | 0,007 | 0,010 | 0,007 | 0,006 | 0,007 |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 39 | 39 | 44 | 43 | 41 | 43 |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI), %, min. | 60 | 69 | 72 | 70 | 79 | 76 | 77 |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,44 | 0,48 | 0,48 | 0,49 | 0,47 | 0,52 |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,23 | 0,34 | 0,26 | 0,21 | 0,24 | 0,22 |
| 6 Taux de cendres, % (m/m), max. | 0,6 | 0,14 | 0,15 | 0,16 | 0,18 | 0,14 | 0,15 |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 4,5 | 5,5 | 7 | 8,5 | 9 | 8 |
| 8 Viscosité Mooney : Cru (ML1+4, à 100°C) | - | 79 | 79 | 83 | 83 | 83 | 62 |
| En mélange | - | 42 | 44 | 52 | 45,5 | 47 | 45,5 |
| 9 Vitesse de vulcanisation (min.-1). | - | 12,18 | 12,13 | 10,62 | 13,51 | 13,33 | 13,79 |

Tableau 14 A : Les caractéristiques du caoutchouc sec
(PR 107, Eau de javel 1 g cl2/l).

| Les caractéristiques | Norme ISO 2000 | Mat. 3 PR 107 | Mat. 9 PR 107 | Mat. 15 PR 107 | Mat. 24 PR 107 | Mat. 27 PR 107 | Mat. 30 PR 107 |
|--|----------------------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 1 Teneur en impuretés, % (m/m) max. | 0,05 | 0,014 | 0,009 | 0,008 | 0,009 | 0,007 | 0,014 |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 49 | 51 | 53 | 53 | 51 | 53 |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI), %, min. | 60 | 65 | 57 | 58 | 57 | 55 | 55 |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,28 | 0,26 | 0,21 | 0,18 | 0,22 | 0,17 |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,22 | 0,23 | 0,16 | 0,11 | 0,19 | 0,19 |
| 6 Taux de cendres, % (m/m), max. | 0,6 | 0,36 | 0,38 | 0,40 | 0,43 | 0,37 | 0,43 |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 7 | 9 | 8 | 9,5 | 9,5 | 9,5 |
| 8 Viscosité Mooney : Cru (ML1+4, à 100°C) | - | 95 | 104 | 101 | 99 | 101 | 83 |
| En mélange | - | 47 | 49 | 37 | 52 | 58 | 52 |
| 9 Vitesse de vulcanisation (min.-1). | - | 16,74 | 14,99 | 15,69 | 16,53 | 16,26 | 17,24 |

Tableau 14 A : Les caracteristiques du caoutchouc sec
(PB 217, Eau de javel 1 g cl2/l).

| Les caracteristiques | Norme ISO 2000 | Mat. 3 PB 217 | Mat. 9 PB 217 | Mat.15 PB 217 | Mat.24 PB 217 | Mat.27 PB 217 | Mat.30 PB 217 |
|---|----------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| 1 Teneur en impuretés, % (m/m) max. | 0,05 | 0,010 | 0,007 | 0,011 | 0,009 | - | - |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 40 | 32 | 36 | 11 | - | - |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI), %, min. | 60 | 65 | 56 | 22 | - | - | - |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,36 | 0,32 | 0,18 | 0,13 | - | - |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,22 | 0,17 | 0,12 | 0,22 | - | - |
| 6 Taux de cendres, % (m/m), max. | 0,6 | 0,16 | 0,16 | 0,22 | 0,23 | - | - |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 4 | 5,5 | 7 | 8,5 | - | - |
| 8 Viscosité Mooney : Cru (ML1+4, à 100°C En mélange | - | 79 40 | 69 37 | 73 50 | 26 18 | - | - |
| 9 Vitesse de vulcanisation (min.-1). | - | 12,41 | 11,24 | 14,03 | 16,67 | - | - |

Tableau 15 A : Les caracteristiques du caoutchouc sec
(PR 107, Penta chloro phénate de soude 5 %).

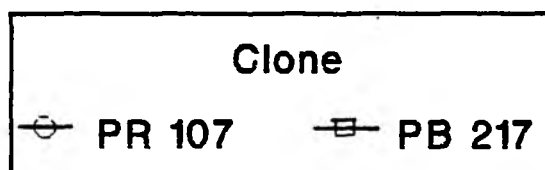
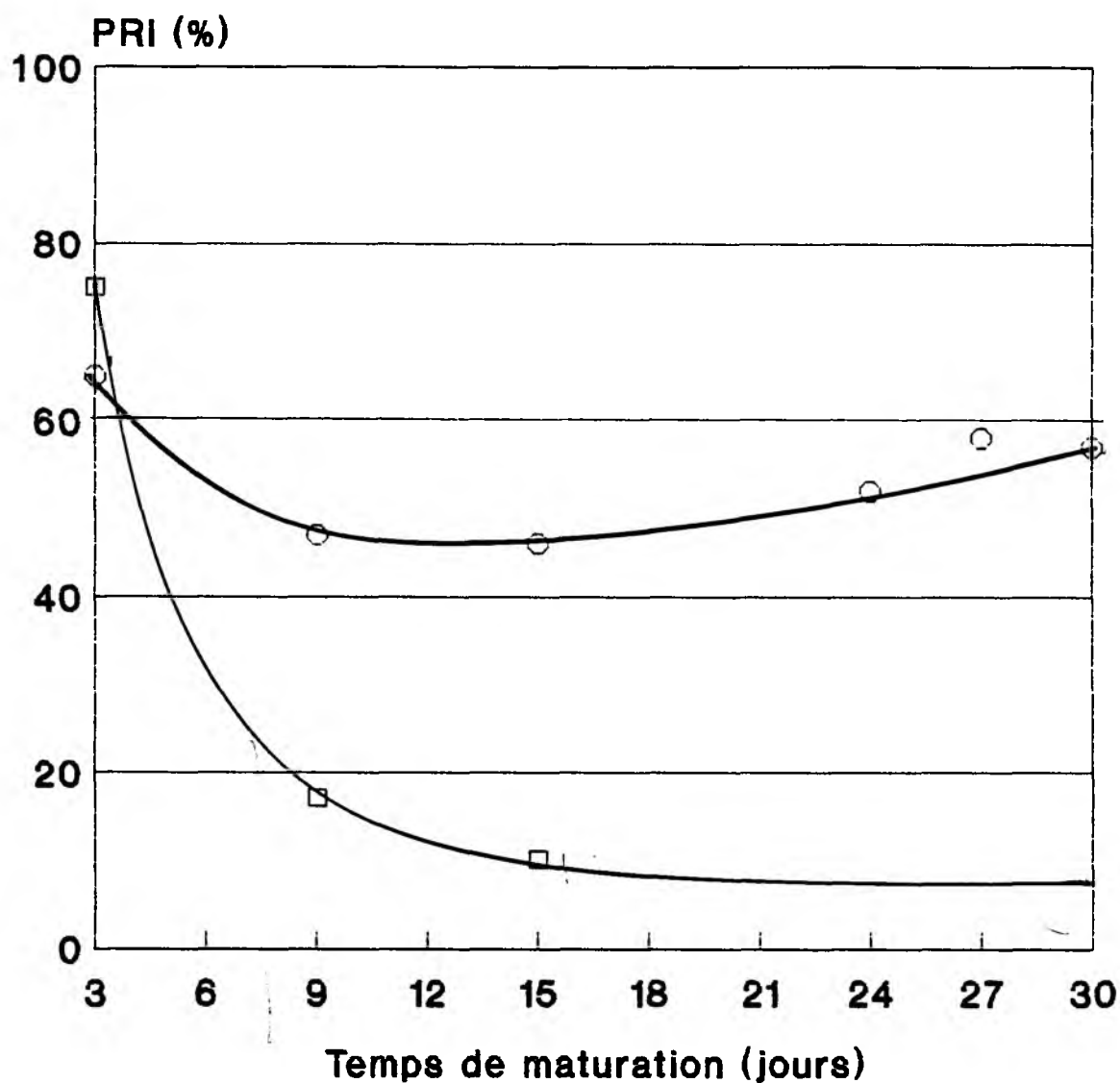
| Les caracteristiques | Norme ISO 2000 | Mat. 3 PR 107 | Mat. 9 PR 107 | Mat.15 PR 107 | Mat.24 PR 107 | Mat.27 PR 107 | Mat.30 PR 107 |
|---|----------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| 1 Teneur en impuretés, % (m/m) max. | 0,05 | 0,011 | 0,009 | 0,016 | 0,008 | 0,010 | 0,020 |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 54 | 52 | 54 | 51 | 46 | 47 |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI), %, min. | 60 | 52 | 46 | 46 | 49 | 46 | 47 |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,31 | 0,29 | 0,27 | 0,26 | 0,28 | 0,26 |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,36 | 0,45 | 0,33 | 0,20 | 0,22 | 0,19 |
| 6 Taux de cendres, % (m/m), max. | 0,6 | 0,43 | 0,40 | 0,44 | 0,47 | 0,40 | 0,41 |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 9,5 | 10 | 13 | 14 | 14 | 12 |
| 8 Viscosité Mooney : Cru (ML1+4, à 100°C En mélange | - | 106 50,5 | 107 48,5 | 103 37,5 | 100 53 | 98 51 | 99 52 |
| 9 Vitesse de vulcanisation (min.-1). | - | 13,64 | 12,89 | 14,01 | 14,93 | 14,93 | 15,30 |

Tableau 15 A : Les caractéristiques du caoutchouc sec
(PB 217, Penta chloro phénate de soude 5 %).

| Les caractéristiques | Norme ISO 2000 | Mat. 3 PB 217 | Mat. 9 PB 217 | Mat.15 PB 217 | Mat.24 PB 217 | Mat.27 PB 217 | Mat.30 PB 217 |
|--|----------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| 1 Teneur en impuretés, % (m/m) max. | 0,05 | 0,011 | 0,006 | 0,013 | 0,007 | 0,011 | 0,011 |
| 2 Plasticité initiale (Po), min. | 30 | 47 | 40 | 35 | 26 | 25 | 28 |
| 3 Indice de rétention de plasticité (PRI), %, min. | 60 | 62 | 48 | 29 | 19 | 28 | 21 |
| 4 Teneur en azote, % (m/m), max. | 0,6 | 0,38 | 0,38 | 0,33 | 0,31 | 0,31 | 0,30 |
| 5 Teneur en matières volatiles, % (m/m) max. | 1,0 | 0,30 | 0,32 | 0,16 | 0,31 | 0,19 | 0,16 |
| 6 Taux de cendres, % (m/m), max. | 0,6 | 0,21 | 0,13 | 0,23 | 0,23 | 0,23 | 0,26 |
| 7 Indice de couleur, max. | 6 | 5,5 | 7,5 | 9,5 | 11 | 12 | 12 |
| 8 Viscosité Mooney : Cru (ML1+4, à 100°C) | - | 102 | 94 | 85 | 65 | 58 | 66 |
| En mélange | - | 46 | 40 | 38 | 34 | 33 | 34 |
| 9 Vitesse de vulcanisation (min.-1). | - | 13,43 | 12,23 | 14,43 | 15,87 | 15,63 | 17,24 |

Courbe no. 16

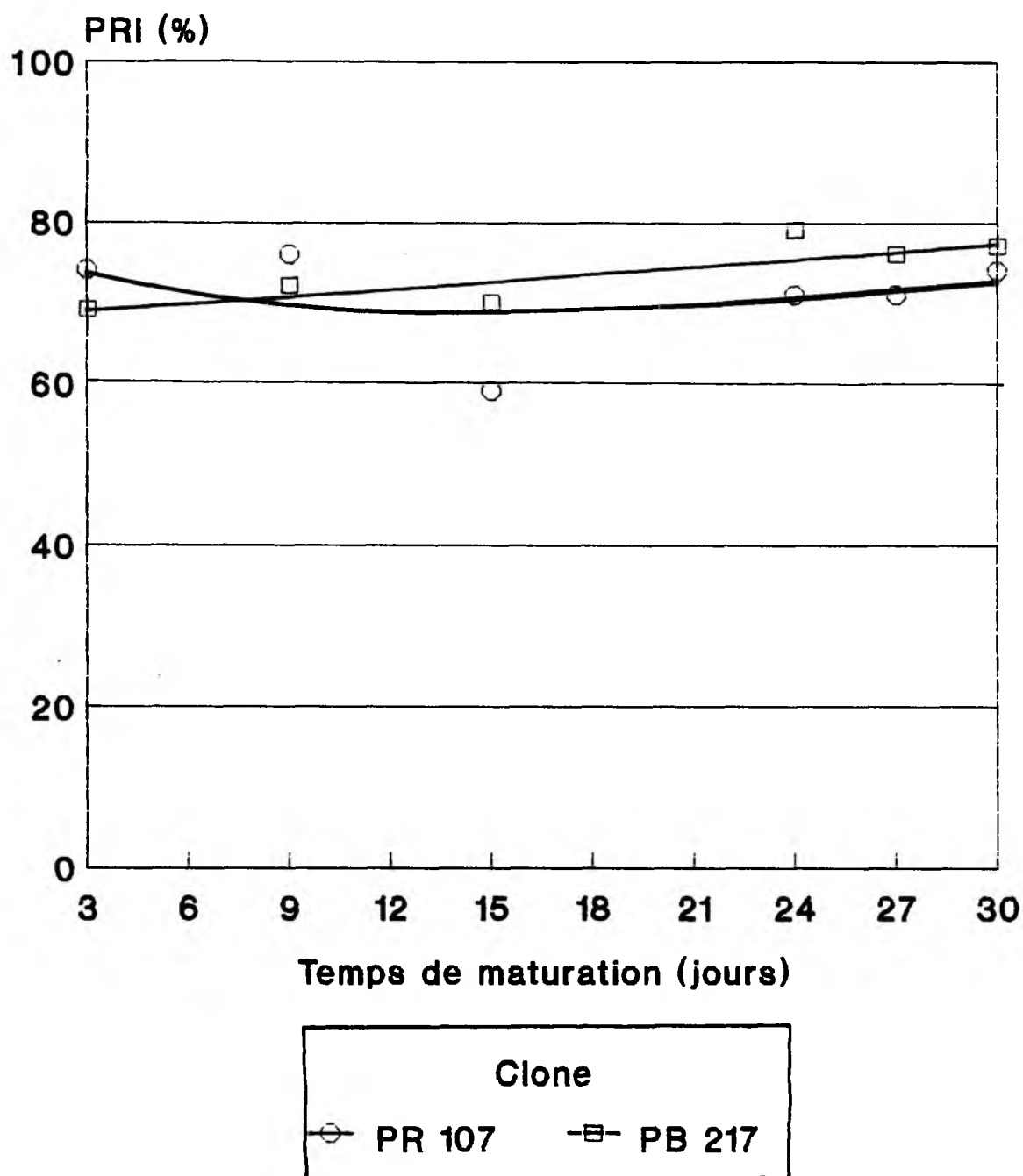
INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 7 (TEMOIN)

Courbe no. 17

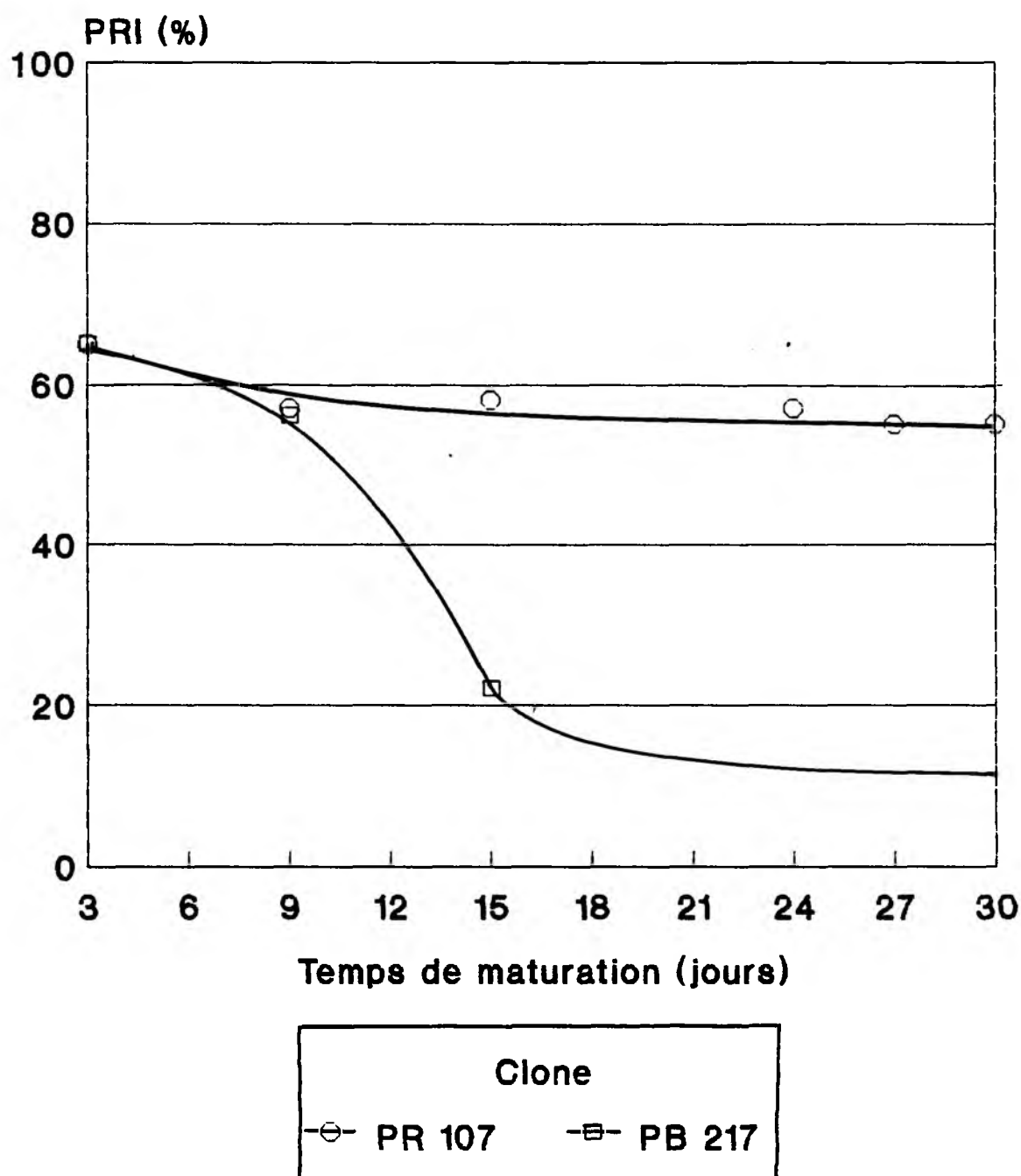
INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 7, FORMOL 5 %

Courbe no. 18

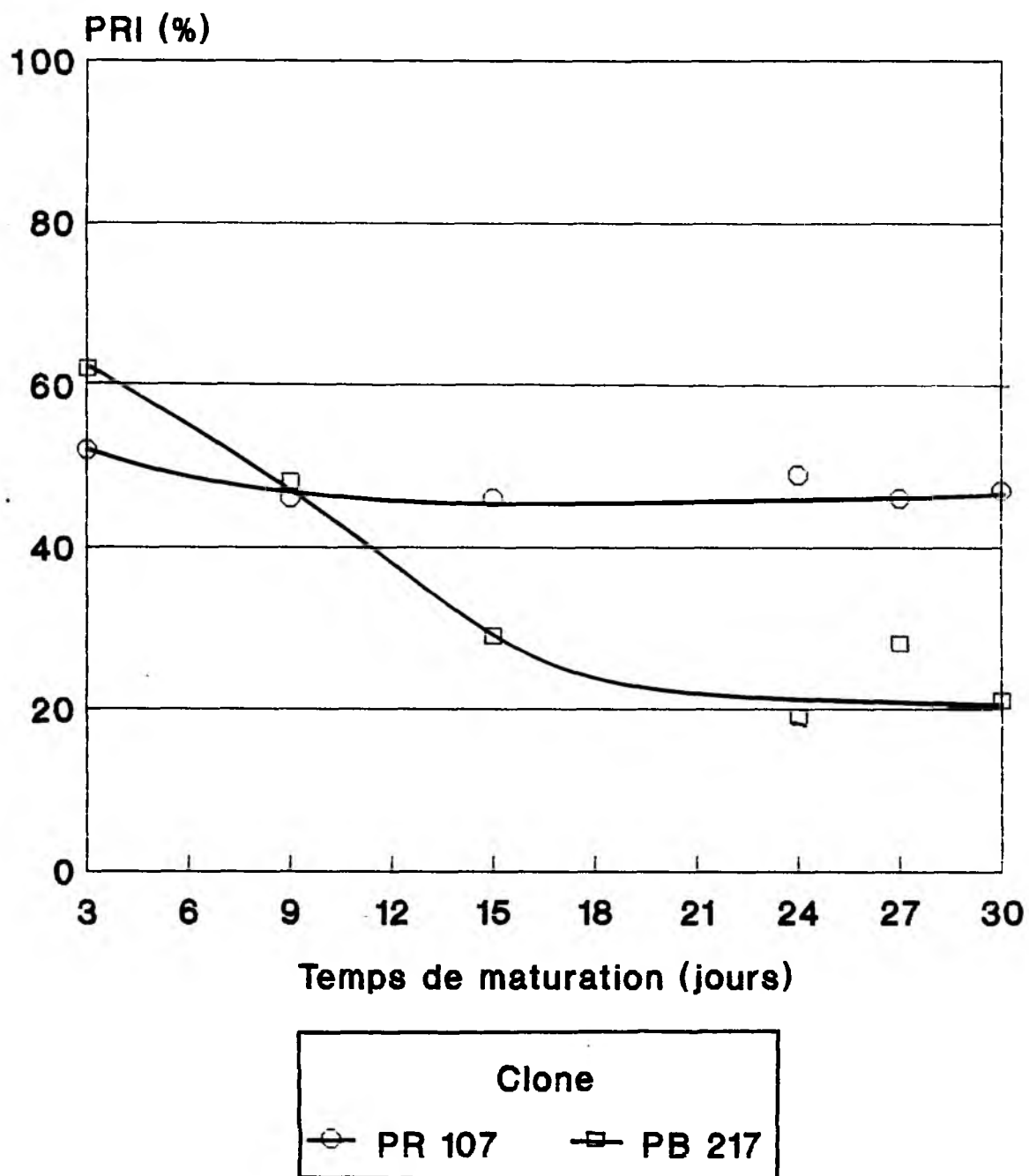
INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 7, EAU DE JAVEL 1 g Cl_2/l

Courbe no. 19

INFLUENCE DU TEMPS DE MATURATION SUR LE PRI



TRAITEMENT 7, P CI P d S 5 %

Commentaires Traitement 7.

* Evolution du PRI.

La maturation des fonds de tasses à l'air (témoin) entraîne comme précédemment une diminution importante du PRI du PB 217. Après 9 jours de maturation, le PRI est déjà inférieur à 20 %. Il faut signaler également les faibles valeurs de PRI observées pour le clone PR 107 (voir courbe no. 16).

Quelque soit le clone, le stockage des fonds de tasses dans une solution de formol à 5 % améliore considérablement le PRI (voir courbe no. 17). Celui-ci est alors maintenu au environ de 70 % durant les 30 jours de maturation. Nous observons même une légère augmentation du PRI pour le clone PB 217.

Le trempage dans les solutions d'eau de javel et de penta chloro phénate de soude ne permet pas de remédier à la chute du PRI lors de la maturation (voir courbes no. 18 et 19).

* Evolution des autres propriétés.

Pour le motif témoin, nous observons une forte diminution de la plasticité et de la viscosité mooney au cours de la maturation, surtout en ce qui concerne le PB 217. Etant donné les très faibles valeurs de PRI observées, nous pouvons penser qu'une grande partie des anti-oxydants présents initialement dans les fonds de tasses ont été détruits dès les premiers jours de maturation.

De ce fait, le caoutchouc a vraisemblablement été fortement oxydé lors du séchage des granulés; ce qui expliquerait les faibles valeurs de viscosité observées pour le PB 217.

Les trempage des fonds de tasses dans le formol permet d'éviter la diminution de la plasticité et de la viscosité mooney, ce qui n'est pas le cas pour les solutions d'eau de javel et de penta chloro phénate de soude, particulièrement pour le PB 217.

En ce qui concerne l'indice de couleur, le formol et surtout l'eau de javel permettent d'obtenir un caoutchouc plus clair.

La teneur en azote et la vitesse de vulcanisation diminuent au cours de la maturation pour le témoin. Le trempage dans le formol permet de stabiliser ces deux propriétés mais diminue la vitesse de vulcanisation du caoutchouc.

L'eau de javel a peu d'effet sur la teneur en azote mais stabilise la vitesse de vulcanisation. Dans le cas du penta chloro phénate de soude, la teneur en azote reste constante durant la maturation tandis que la vitesse de vulcanisation accuse une légère augmentation.

III.3.2.6. Conclusion.

Le trempage des fonds de tasses dans une solution tampon acide ou basique améliore nettement le PRI du clone PB 217. Aux vues de ces résultats, nous avons été tentés de penser que cette amélioration était due au fait que les fonds de tasses étaient protégés du milieu extérieur par ^{le} solution et la bache noire, et non à cause du pH. L'essai de trempage des fonds de tasses dans l'eau a infirmé cette hypothèse. Seul un stockage en milieu très acide (pH = 4) ou très basique (pH = 9) permet d'éviter la chute du PRI du PB 217 au cours de la maturation.

Les essais de trempage des fonds de tasses dans des solutions antiseptiques afin d'éviter la destruction des anti-oxydants au cours de la maturation ont montré que seul le formol permet de conserver un bon niveau de PRI après 30 jours de stockage. L'eau de javel et le penta chloro phénate de soude sont quant à eux inefficaces.

Quelque soit la nature de la solution de trempage, le fait d'immerger les fonds de tasses dans un liquide permet d'obtenir un caoutchouc plus clair et présentant un taux d'impuretés faible.

Il faut signaler que le formol a tendance à diminuer la vitesse de vulcanisation du caoutchouc.

Nous avons également observé que la chute du PRI durant la maturation des fonds de tasses pouvait être évitée par coagulation accélérée à l'acide à pH inférieur ou égale à 4,8.

III.3.3. Recherche de traitements visant à remonter les faibles PRI.

La technique est basée sur le trempage des granulés avant séchage dans des solutions appropriées.

III.3.3.1. Traitement 8 : Amélioration du PRI des caoutchouc de fonds de tasses par trempage des granulés bas PRI dans des solutions.

a. Environ 200 fonds de tasses le PB 217 sont maturés pendant 37 jours sous claie, en champ, pour obtenir du caoutchouc à bas PRI.

b. Après vérification de la faible valeur du PRI, tous les fonds de tasses sont usinés :

- Crêpage en 15 passes doubles à la crêpeuse no. 2
- Granulation sous eau au broyeur à marteaux (grille 1/2 pouce)
- Trempage des granulées dans la solution adéquate pendant 3 ou 5 minutes. Les solutions sont les suivantes :
 - ° Acide salicilique, concentration 5 et 2,5 %
 - ° Acide oxalique, concentration 5 et 2,5 %
 - ° Acide orthophosphorique, concentration 5 et 2,5%
 - ° Jus pyrolynieux, pur et dilué au demi
 - ° Témoin (sans trempage).

- Egouttage des granulés pendant 30 minutes.

- Séchage pendant 3 heures à 105 °C.

c. Sur le caoutchouc sec, on mesure toutes les caractéristiques, voir tableaux 16, 16 A, 17, et 17 A.

Remarque : le jus pyrolynique est un sous produit de la distillation des boueres de noix de coco, contenant notamment des phénols.

Tableau 16 : Trempage des granules bas PRI dans les solutions.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Additif | Concen. (%) | Temps de trempage (minutes) | Po | Pf | PRI |
|---------------|-----------|----------------|-----------------------------------|----|----|-----|
| 1042 | Témoin | - | - | 48 | 29 | 60 |
| 1043 | Acide | 5 | 3 | 50 | 35 | 70 |
| 1044 | Salicili- | 2,5 | 5 | 53 | 38 | 73 |
| 1045 | que | | 3 | 52 | 36 | 69 |
| 1046 | | | 5 | 53 | 38 | 73 |
| 1047 | Acide | 5 | 3 | 50 | 40 | 80 |
| 1048 | Oxalique | 2,5 | 5 | 51 | 41 | 80 |
| 1049 | | | 3 | 50 | 36 | 72 |
| 1050 | | | 5 | 48 | 36 | 75 |
| 1051 | Acide | 5 | 3 | 51 | 40 | 78 |
| 1052 | Orthophos | 2,5 | 5 | 49 | 36 | 74 |
| 1053 | phorique | | 3 | 51 | 40 | 78 |
| 1054 | | | 5 | 49 | 39 | 80 |
| 1055 | Jus Py- | pur | 3 | 49 | 33 | 67 |
| 1056 | rolynieux | 1/2 pur | 5 | 51 | 36 | 71 |
| 1057 | | | 3 | 48 | 31 | 65 |
| 1058 | | | 5 | 51 | 36 | 71 |

Notes: 1. Malgré un temps de maturation des fonds de tasses de 37 jours, le PRI du caoutchouc n'est pas descendu en dessous de 60 % (témoin).

2. L'essai a été renouvelé avec des concentrations en acides plus faibles (voir tableau 17).

Tableau 17 : Trempage des granules bas PRI dans les solutions.
Résultats moyens sur 3 répétitions.

| No. Enreg. | Additif | Concen. (%) | Temps de trempage (minutes) | Po | Pf | PRI |
|---------------|-----------|----------------|-----------------------------------|----|----|-----|
| 1243 | Témoin | - | - | 47 | 26 | 55 |
| 1244 | Acide | 0,5 | 3 | 50 | 30 | 60 |
| 1245 | Salicili- | | 5 | 51 | 30 | 59 |
| 1246 | que | 2 | 3 | 51 | 34 | 67 |
| 1247 | | | 5 | 49 | 30 | 61 |
| 1248 | Acide | 0,5 | 3 | 50 | 30 | 60 |
| 1249 | Oxalique | | 5 | 48 | 30 | 63 |
| 1250 | | 2 | 3 | 50 | 38 | 76 |
| 1251 | | | 5 | 51 | 39 | 76 |
| 1252 | Acide | 0,5 | 3 | 51 | 33 | 65 |
| 1253 | Orthophos | | 5 | 50 | 33 | 66 |
| 1254 | phorique | 2 | 3 | 49 | 37 | 76 |
| 1255 | | | 5 | 49 | 39 | 78 |
| 1256 | Jus Py- | 1/2 pur | 3 | 48 | 28 | 58 |
| 1257 | rolynieux | | 5 | 49 | 30 | 61 |
| 1258 | | pur | 3 | 51 | 31 | 61 |
| 1259 | | | 5 | 51 | 31 | 61 |

Note : Maturation 15 jours.

Tableau 16 A (1) : Les caractéristiques du caoutchouc sec, trempage des granules bas PRI (PB 217, maturation 37 jours) dans les solutions.

| Les Caractéristiques | Témoin | Ac. Salicilique | | | | Ac. Oxalique | | | |
|----------------------------------|--------|-----------------|-------|-------|-------|--------------|-------|-------|-------|
| | | 5 % | | 2,5 % | | 5 % | | 2,5 % | |
| | | | | | | | | | |
| | | 3 | 5 | 3 | 5 | 3 | 5 | 3 | 5 |
| 1 Impuretés, % (m/m) | 0,008 | 0,010 | 0,009 | 0,012 | 0,010 | 0,011 | 0,006 | 0,008 | 0,009 |
| 2 Po | 48 | 50 | 52 | 52 | 52 | 50 | 51 | 50 | 48 |
| 3 PRI, % | 60 | 70 | 73 | 69 | 73 | 80 | 80 | 72 | 75 |
| 4 Azote, % (m/m) | 0,16 | 0,15 | 0,14 | 0,15 | 0,14 | 0,14 | 0,15 | 0,13 | 0,13 |
| 5 Mat. Vol, % (m/m) | 0,20 | 0,14 | 0,21 | 0,23 | 0,20 | 0,16 | 0,19 | 0,21 | 0,26 |
| 6 Cendres, % (m/m) | 0,42 | 0,38 | 0,58 | 0,37 | 0,39 | 0,50 | 0,46 | 0,43 | 0,39 |
| 7 Couleur | 13 | 13 | 13 | 13 | 11 | 15 | 15 | 15 | 15 |
| 8 Vis. Mooney : | | | | | | | | | |
| Cru | 91 | 94 | 95 | 94 | 91 | 92 | 93 | 92 | 92 |
| En Mélange | 42,5 | 45 | 45 | 45 | 46 | 47,5 | 46,5 | 45 | 45 |
| 9 Vit. Vulcanisation (min.-1) | 15,75 | 12,99 | 14,08 | 13,99 | 14,18 | 16,00 | 16,39 | 16,95 | 17,39 |

Tableau 16 A (2) : Les caractéristiques du caoutchouc sec, trempage des granules bas PRI (PB 217, maturation 37 jours) dans les solutions.

| Les Caractéristiques | Témoin | Ac. Orthophosphorique | | | | Jus Pyrolynieux | | | |
|----------------------------------|--------|-----------------------|-------|-------|-------|-----------------|-------|---------|-------|
| | | 5 % | | 2,5 % | | Pur | | 1/2 Pur | |
| | | | | | | | | | |
| | | 3 | 5 | 3 | 5 | 3 | 5 | 3 | 5 |
| 1 Impuretés, % (m/m) | 0,008 | 0,007 | 0,007 | 0,010 | 0,009 | 0,010 | 0,008 | 0,009 | 0,010 |
| 2 Po | 48 | 51 | 49 | 51 | 49 | 49 | 51 | 48 | 51 |
| 3 PRI, % | 60 | 78 | 74 | 78 | 80 | 67 | 71 | 65 | 71 |
| 4 Azote, % (m/m) | 0,16 | 0,15 | 0,17 | 0,16 | 0,16 | 0,14 | 0,16 | 0,13 | 0,17 |
| 5 Mat. Vol, % (m/m) | 0,20 | 0,30 | 0,31 | 0,30 | 0,22 | 0,25 | 0,22 | 0,21 | 0,22 |
| 6 Cendres, % (m/m) | 0,42 | 0,75 | 0,75 | 0,55 | 0,58 | 0,65 | 0,64 | 0,52 | 0,51 |
| 7 Couleur | 13 | +16 | +16 | 16 | 15 | +16 | +16 | +16 | +16 |
| 8 Vis. Mooney : | | | | | | | | | |
| Cru | 91 | 91 | 90 | 92 | 93 | 91 | 93 | 91 | 93 |
| En Mélange | 42,5 | 49 | 46 | 46 | 42,5 | 42 | 44,5 | 44,5 | 46 |
| 9 Vit. Vulcanisation (min.-1) | 15,75 | 14,18 | 16,95 | 11,69 | 14,81 | 15,03 | 15,63 | 15,63 | 16,13 |

Tableau 17 A (1) : Les caracteristiques du caoutchouc sec, trempage des granules bas PRI (PB 217, maturation 15 jours) dans les solutions.

| Les Caracteristiques | Témoin | Ac. Salicilique | | | | Ac. Oxalique | | | |
|-------------------------------|--------|-----------------|-------|-------|-------|--------------|-------|-------|-------|
| | | 0,5 % | | 2 % | | 0,5 % | | 2 % | |
| | | | | | | | | | |
| | | 3 | 5 | 3 | 5 | 3 | 5 | 3 | 5 |
| 1 Impuretés, % (m/m) | 0,020 | 0,010 | 0,011 | 0,016 | 0,021 | 0,021 | 0,009 | 0,006 | 0,006 |
| 2 Po | 47 | 50 | 51 | 51 | 49 | 50 | 48 | 50 | 51 |
| 3 PRI, % | 55 | 60 | 59 | 67 | 61 | 60 | 63 | 76 | 76 |
| 4 Azote, % (m/m) | 0,22 | 0,20 | 0,22 | 0,21 | 0,22 | 0,20 | 0,22 | 0,25 | 0,23 |
| 5 Mat. Vol, % (m/m) | 0,20 | 0,20 | 0,24 | 0,22 | 0,23 | 0,24 | 0,21 | 0,21 | 0,20 |
| 6 Cendres, % (m/m) | 0,64 | 0,51 | 0,54 | 0,59 | 0,55 | 0,58 | 0,53 | 0,64 | 0,63 |
| 7 Couleur | 9 | 9,5 | 10 | 11 | 12 | 10 | 10 | 10,5 | 11 |
| 8 Vis. Mooney : | | | | | | | | | |
| Cru | 90 | 94 | 94 | 96 | 93 | 93 | 94 | 93 | 92 |
| En Mélange | 41 | 43,5 | 45 | 44,5 | 43,5 | 44,5 | 45,5 | 45,5 | 45 |
| 9 Vit. Vulcanisation (min.-1) | 15,38 | 15,04 | 15,63 | 14,49 | 14,93 | 17,39 | 17,54 | 17,24 | 17,39 |

Tableau 17 A (2) : Les caracteristiques du caoutchouc sec, trempage des granules bas PRI (PB 217, maturation 15 jours) dans les solutions.

| Les Caracteristiques | Témoin | Ac.Orthophosphorique | | | | Jus Pyrolynieux | | | |
|-------------------------------|--------|----------------------|-------|-------|-------|-----------------|-------|-------|-------|
| | | 0,5 % | | 2 % | | 1/2 Pur | | Pur | |
| | | | | | | | | | |
| | | 3 | 5 | 3 | 5 | 3 | 5 | 3 | 5 |
| 1 Impuretés, % (m/m) | 0,020 | 0,007 | 0,016 | 0,008 | 0,007 | 0,008 | 0,005 | 0,008 | 0,014 |
| 2 Po | 47 | 51 | 50 | 49 | 49 | 48 | 49 | 51 | 51 |
| 3 PRI, % | 55 | 65 | 66 | 76 | 78 | 58 | 61 | 61 | 61 |
| 4 Azote, % (m/m) | 0,22 | 0,23 | 0,21 | 0,21 | 0,23 | 0,21 | 0,21 | 0,21 | 0,22 |
| 5 Mat. Vol, % (m/m) | 0,20 | 0,25 | 0,22 | 0,21 | 0,26 | 0,23 | 0,28 | 0,28 | 0,29 |
| 6 Cendres, % (m/m) | 0,64 | 0,59 | 0,56 | 0,69 | 0,68 | 0,67 | 0,69 | 0,86 | 0,83 |
| 7 Couleur | 9 | 9,5 | 9,5 | 10 | 10 | +16 | +16 | +16 | +16 |
| 8 Vis. Mooney : | | | | | | | | | |
| Cru | 90 | 94 | 94 | 91 | 93 | 91 | 94 | 94 | 94 |
| En Mélange | 41 | 44,5 | 46,5 | 45,5 | 47,5 | 47 | 47 | 47 | 47,5 |
| 9 Vit. Vulcanisation (min.-1) | 15,38 | 17,39 | 18,35 | 16,95 | 17,39 | 16,29 | 17,86 | 16,13 | 17,39 |

Commentaires Traitement 8.

* Influence sur le PRI.

Toutes les solutions testées améliorent plus ou moins le PRI du caoutchouc. L'acide orthophosphorique est le plus efficace, suivi de l'acide oxalique puis de l'acide salicilique et du jus pyrolynieux. L'augmentation du PRI est d'autant plus importante que la concentration de la solution de trempage est élevée. La concentration optimale se situe aux alentours de 2 %, une concentration supérieure n'apporte pas un gain justifiable. L'influence du temps de trempage est faible.

* Influence sur les autres propriétés.

Quelque soit la solution utilisée, le trempage des granulés n'a pas d'influence significative sur les propriétés mesurées mis à part l'indice de couleur du caoutchouc qui a tendance à augmenter.

D'un point de vue pratique, il faut noter la mauvaise dissolution de l'acide salicilique dans l'eau qui rend son utilisation difficile.

III.3.3.2. Conclusion.

Parmis les quatres produits testés, les solutions d'acide orthophosphorique et d'acide oxalique à 2 % semblent les plus intéressantes pour améliorer le PRI des fonds de tasses. En effet, elles augmentent le PRI de 21 points sans perturber les autres propriétés du caoutchouc.

IV. CONCLUSION GENERALE.

Malgré l'absence de corrélation entre le pH du sérum de coagulation et le PRI du caoutchouc, la chute du PRI intervenant au cours de la maturation pour certains clones ne semble pas totalement indépendante du pH du milieu. En effet, nous avons montré qu' un faible PRI à 30 jours de maturation pouvait être évité soit par coagulation accélérée du latex à pH très acide (4,8), soit par stockage des fonds de tasses dans un milieu très acide (pH = 4) ou très basique (pH = 9).

La diminution du PRI au cours de la maturation semble provenir de la destruction des anti-oxydants présents initialement dans le latex. Le trempage des fonds de tasses dans une solution de formol à 5 % permet d'éviter ce phénomène et de maintenir ainsi un bon niveau de PRI durant les 30 jours de maturation.

Une autre méthode pour améliorer le PRI consiste à tremper les granulés de coagulum dans une solution d'acide orthophosphorique ou d'acide oxalique à 2 % avant le séchage.

Enfin, en dernier ressort, un caoutchouc à bas PRI peut être valorisé par coupage avec un caoutchouc à haut PRI.

L'amélioration du PRI peut donc être opérée à trois niveaux de la transformation du caoutchouc :

- Au niveau de la plantation par coagulation accélérée du latex à l'acide ou par stockage des fonds de tasses dans une solution de formol.

- Au niveau de l'usinage par trempage des granulés dans une solution d'acide orthophosphorique ou oxalique avant séchage.

- Au niveau du transformateur par coupage de caoutchouc haut et bas PRI.

* * * * *

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. BADRUN, S. (1988); Kebijakan dan Strategi Pembangunan Sub Sektor Perkebunan. Majalah Perkebunan Indonesia, No. 3/4, Hal: 38 - 55.
2. SUMANA, S. (1985); Sekitar Masalah Bentuk Olahan Karet Rakyat. Bulletin Perkaretan BPP SP, No. 3 (1), Hal: 22 - 25.
3. ----- (1986); Kebijakan Pengembangan Karet. Dit. Jen. Bun. Deptan, dalam Proceeding Konperensi Nasional Karet, Hal: 35 - 85.
4. BUDIMAN, S dan DALIMUNTHE, R. (1983); Usaha Memperbaiki Pengeringan Karet Remah Dari Bahan Olah Karet Rakyat. Bulletin Perkaretan BPP SP, No. 2, Hal: 1 - 13.
5. COMPAGNON, P. (1986); Le Caoutchouc Naturel. Edition G-R Maisonneuve & Larose, Paris.
6. BRAS, J.L. (1953); Elements de Science et de Technologie du Caoutchouc. Edition 2 eme, Société d'Editions Technique Coloniales, Paris. Pages: 44 - 46.
7. GENIN, G et MORISSON, B. (1958); Encyclopédie Technologique de L'Industriel du Caoutchouc. Dunod, Paris. Page: 107.
8. ----- (1984); Tome I et II. Première Edition, Organisation Internationale de Normalisation, Suisse.
9. LOYEN, G et DE LIVONNIERE, H. (1975); Rapport de Recherches Technologiques. No. 1/75, IRCA - Côte d'Ivoire. Pages: 8 - 12.
10. BERNARD, J, J. (1977); Reflexions Sur le PRI du Caoutchouc de Saignées Cumules. IRCA - Paris. Page: 2.
11. ----- (1978); Rapport 2 eme Semestre, Serie Chimie Technologie Usinage. IRCA - Côte d'Ivoire. Page: 38.
12. ----- (1989); Rapport 1 ere Trimestriel, Service de Technologie. IRCA - Côte d'Ivoire.

13. LOYEN, G. (1972); Rapport 4^{eme} Trimestriel, Service de Technologie. IRCA - Côte d'Ivoire. Pages: 14 - 19.
14. LOYEN, G. (1973); Rapport 2^{eme} Trimestriel, Service de Technologie. IRCA - Côte d'Ivoire. Pages: 14 - 18.
15. ----- (1975); Rapport 1^{ere} Semestre, Serie Chimie Technologie Usinage. IRCA - Côte d'Ivoire. Page: 28.
16. LAIGNEAU, J, C. (1990); Note de Reflexions Sur le PRI. IRCA - Côte d'Ivoire. Pages: 2 - 3.
17. WALPOLE, G, S. (1914); J. Chem. Soc. 105, 2501.
18. -----; Chemical Data, Biochemiste Handbook. Page: 35.

* * * * *